

Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Co(II)-Disianamida-Niasinamida dengan Metode Larutan

SKRIPSI

oleh:

NURDIANAH
175090200111024



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2021





**Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks
Co(II)-Disianamida-Niasinamida dengan Metode Larutan**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh:

NURDIANAH
175090200111024



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2021





LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Co(II)-Disianamida-
Niasinamida dengan Metode Larutan

oleh:
Nurdianah
175090200111024

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji
pada tanggal 7 Juli 2021
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I



Yuniar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc., Ph.D.
NIP. 198106202005011002


Pembimbing II



Drs. Mohammad Misbah Khunur, M.Si.
NIP. 19581101986031003



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya



Yuniar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc., Ph.D.
NIP. 198106202005011002



LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nurdianah

NIM : 175090200111024

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul:

**Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Co(II)-
Disianamida-Niasinamida dengan Metode Larutan**

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 21 Juni 2021

Yang menyatakan,

(Nurdianah)

175090200111024

Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Co(II)-Disianamida-Niasinamida dengan Metode Larutan

ABSTRAK

Kompleks Co(II)-disianamida merupakan salah satu senyawa yang masih sering dikembangkan karena dapat membentuk polimer koordinasi dan bersifat antiferomagnetik. Modifikasi senyawa kompleks Co(II)-disianamida dapat dilakukan dengan menambahkan ligan netral, salah satunya adalah niasinamida. Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis senyawa kompleks Co(II)-disianamida-niasinamida (Co(II)-dca-nia) dengan metode larutan pada suhu ruang dan mempelajari pengaruh variasi pelarut dan rasio mol Co(II):dca:nia terhadap senyawa kompleks yang dihasilkan. Sintesis dilakukan dengan metode larutan menggunakan variasi pelarut (air dan metanol) dan variasi rasio mol (1:2:2 dan 1:2:4) selama 21 hari. Hasil penelitian menunjukkan bahwa padatan mikrokristalin berwarna merah muda dihasilkan dari semua variasi pelarut dan rasio mol dan kristal berwarna merah dari penguapan lebih lanjut pada filtrat metanol. Analisa dengan FTIR menunjukkan adanya vibrasi dari gugus fungsi yang khas dari ligan dca ($C\equiv N$) maupun ligan nia ($O=C-NH_2$) di semua produk. Uji titik leleh menunjukkan adanya dekomposisi pada 215-217 °C (mikrokristalin) dan 187 °C (kristal). Analisa dengan SEM-EDS mengkonfirmasi bahwa morfologi padatan berbentuk mikrokristalin dan kristal, sedangkan dari data EDS diperoleh prediksi rumus empiris senyawa kompleks yaitu $[Co(dca)_2(nia)_2]_n$ untuk produk mikrokristalin dan $\{[Co(dca)_2(nia)_2] \cdot 2CH_3OH\}_n$ untuk produk kristal. Reaksi dengan pelarut metanol menghasilkan produk lebih banyak, dan semakin besar rasio niasinamida, maka semakin banyak massa padatan yang dihasilkan.

Kata kunci: disianamida, metode larutan, niasinamida, pelarut, rasio mol

Synthesis and Characterization of Co(II)-Dicyanamide-Niacinamide Complex by Solution Method

ABSTRACT

Co(II)-dicyanamide complex is one of coordination compound which is still being developed due to its antiferromagnetic properties. Modification of the Co(II)-dicyanamide can be done by adding neutral ligands, one of which is niacinamide. This research aims to synthesize Co(II)-dicyanamide-niacinamide complex by solution method at room temperature and to study the effect of solvent variations and Co(II):dca:nia molar ratio toward the synthesized complex. The synthesis was carried out for 21 days by using water or methanol solvents and in molar ratios of 1:2:2 and 1:2:4. The results showed that pink microcrystalline was produced from all variations of solvents and molar ratios and a red crystalline product produces further slow evaporation of the methanol filtrate. FTIR analysis showed that there were vibrations of the functional groups that typical to the dca ($C\equiv N$) and nia ($O=C-NH_2$) ligands in all products. Melting point tests showed decomposition at 215-217 °C (microcrystalline) and 187 °C (crystal). SEM-EDS analysis confirmed that the morphology of the product was microcrystalline powder and crystalline solid, while the EDS data suggest that the proposed empirical formula of the products were $[Co(dca)_2(nia)_2]_n$ for microcrystalline powder and $\{[Co(dca)_2(nia)_2] \cdot 2CH_3OH\}_n$ for crystalline solid. Reaction with methanol solvent produces higher yield, and the higher the niacinamide ratio, the higher solid product produced.

Keywords: dicyanamide, molar ratio, niacinamide, solvent, solution method.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur senantiasa tercurahkan kepada Allah SWT atas ridho, rahmat, dan hidayah-Nya sehingga penulis bisa menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Co(II)-Disianamida-Niasinamida dengan Metode Larutan**. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang.

Penulisan skripsi ini tidak luput dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Ismail Hasan dan Ibu Kholifah selaku orang tua penulis yang selalu memberikan doa, dukungan, dan energi positifnya sehingga penulis bisa menyelesaikan jenjang pendidikan sarjana.
2. Dr. Yuniar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc. selaku dosen pembimbing I dan Drs. Mohammad Misbah Khunur, M.Si. selaku dosen pembimbing II atas kesabaran, doa, dukungan dan segala ilmu yang diberikan kepada penulis dari awal hingga akhir.
3. Dr. Yuniar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc. selaku Ketua Jurusan Kimia, Dr.rer.nat. Rachmat Triandi T., S.Si., M.Si selaku Ketua Program Studi S1 Kimia, Drs. Danar Purwonugroho, M.Si. selaku Kepala Laboratorium Anorganik, Drs. Suratmo, M.Sc. selaku Kepala Laboratorium Kimia Dasar, dan segenap jajaran staf pengajar dan tata usaha Jurusan Kimia atas segala bantuan dan bimbingan yang diberikan selama menempuh pendidikan di Jurusan Kimia.
4. Bapak Darjito, S.Si., M.Si. selaku dosen penasihat akademik yang selalu memberikan motivasi, nasihat, dan bimbingan selama menempuh pendidikan.
5. Bapak Aprial Jastirbah, Ibu Nur Yusrina, dan Ibu Soerjani Widyastuti, S.Kom. atas segala bantuan dan saran kepada penulis.

6. Teman-teman angkatan 2017, tim MOF laboratorium anorganik, M. Rizal Ramadhoni Said, Dian Indah, An'nisa Sekar, Almadea Trisya, dan Yana Yunita yang selalu menemani, memotivasi, dan berbagi pengalaman selama pelaksanaan tugas akhir.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan naskah skripsi ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan adanya kritik dan saran yang membangun sehingga dapat menyempurnakan penulisan pada masa mendatang. Demikian yang dapat penulis sampaikan. Mohon maaf atas segala kekurangan. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menjadi acuan dalam pengembangan penelitian-penelitian berikutnya.

Malang, 21 Juni 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Senyawa Kompleks Kobalt(II) Disianamida	5
2.2 Ligan Niasinamida	11
2.3 Sintesis Senyawa Kompleks	15
BAB III METODE PENELITIAN	18
3.1 Tempat dan Waktu	18
3.2 Alat dan Bahan	18
3.2.1 Alat	18
3.2.2 Bahan	18

3.3 Tahapan Penelitian	18
3.4 Prosedur Penelitian	19
3.4.1 Sintesis Senyawa Kompleks	19
3.4.2 Karakterisasi produk	21
3.4.3 Analisis Data	22
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Sintesis Senyawa Kompleks	23
4.2 Karakterisasi Produk Padatan	27
4.2.1 Hasil FTIR	27
4.2.2 Hasil Uji Titik Leleh	29
4.2.3 Hasil SEM-EDS	30
4.3 Analisis data	33
BAB V PENUTUP	38
5.1 Kesimpulan	38
5.2 Saran	38
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1: Struktur ion disianamida	5
Gambar 2.2: Variasi mode ikatan ligan disianamida dengan ion logam pusat (M)	6
Gambar 2.3: Struktur senyawa kompleks 1D <i>catena</i> -[Co($\mu_{1,5}$ -dca) ₂ (4-MOP-NO ₂) ₂]	9
Gambar 2.4: Struktur senyawa kompleks 2D { [Co(dca) ₂ (NH ₂ pyz) ₂]·H ₂ O } _n	9
Gambar 2.5: Struktur senyawa kompleks 3D [Co(dca) ₂ (4-nic) ₂] _n ·2nCH ₃ OH	10
Gambar 2.6: Spektra IR natrium disianamida	11
Gambar 2.7: Struktur molekul (a) pikolinamida, (b) niasinamida, (c) isonikotinamida	12
Gambar 2.8: Kemungkinan pola koordinasi ligan niasinamida dengan ion logam M	12
Gambar 2.9: Struktur kompleks [Co(nia) ₂ (H ₂ O) ₄]Cl ₂ ·2H ₂ O	13
Gambar 2.10: Struktur [Zn(μ -C ₇ H ₄ NO ₄) ₂ (μ -niasinamida)] _n	13
Gambar 2.11: Spektra IR niasinamida	14
Gambar 2.12: Perbandingan spektra IR na (niasinamida) dengan kompleks Co(II)-na, sb.Y = % A	14
Gambar 2.13: Ilustrasi beberapa teknik pada metode larutan	16
Gambar 3.1: Diagram alir penelitian	19
Gambar 4.1: Pengamatan hari pertama dari seri reaksi D-1-A hingga D-8-M (kiri ke kanan)	24
Gambar 4.2: Pengamatan hari ke-7 dari seri reaksi D-1-A hingga	24
Gambar 4.3: Pengamatan hari ke-14 dari seri reaksi D-1-A hingga D-8-M (kiri ke kanan)	25

Gambar 4.4: Pengamatan hari ke-21 dari seri reaksi D-1-A hingga D-8-M (kiri ke kanan) 25

Gambar 4.5 Pengamatan pembentukan padatan kedua dari seri reaksi D-4-M 26

Gambar 4.6: Padatan kering hasil sintesis (a) D-1-A, (b) D-2-M, (c) D-3-A, (d) D-4-M-a, (e) D-4-M-b, (f) D-6-M 27

Gambar 4.7: Spektra IR niasinamida, D-1-A hingga D-6-M, dan Na-dca 28

Gambar 4.8: Hasil pencitraan SEM dari sampel kode D-1-A (kiri) dan kode D-4-M-b (kanan) di berbagai perbesaran 31

Gambar 4.9: Hasil analisa EDS dari sampel D-1-A 32

Gambar 4.10: Hasil analisa EDS dari sampel D-4-M-b 32

Gambar 4.11: Prediksi dari struktur kompleks $[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2]_n$ hasil sintesis dengan kode D-1-A, D-2-M, D-3-A, dan D-4-M-a 35

Gambar 4.12: Prediksi pertama dari struktur kompleks $[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ hasil sintesis dengan kode D-4-M-b 36

Gambar 4.13: Prediksi kedua dari struktur kompleks $\{[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2] \cdot 2(\text{CH}_3\text{OH})\}_n$ hasil sintesis dengan kode D-4-M-b 36

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1: Penelitian sintesis Co(II)-dca-L yang berhasil dilakukan	7
Tabel 3.1: Kode dan seri reaksi	19
Tabel 4.1: Massa padatan yang diperoleh	26
Tabel 4.2: Interpretasi data FTIR	29
Tabel 4.3: Data hasil uji titik leleh	30
Tabel 4.4: Data hasil EDS dan prediksi rumus empiris	33
Tabel B.1: Massa yang dibutuhkan pada masing-masing rasio	48

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Diagram alir sintesis Co(II)-dca-nia	45
Lampiran B. Perhitungan massa reaktan	47
Lampiran C. Hasil uji FTIR D-1-A	49
Lampiran D. Hasil uji FTIR D-2-M	50
Lampiran E. Hasil uji FTIR D-3-A	51
Lampiran F. Hasil uji FTIR D-4-M-a	52
Lampiran G. Hasil uji FTIR D-4-M-b	53
Lampiran H. Hasil uji FTIR D-6-M	54
Lampiran I. Hasil uji FTIR niasinamida	55
Lampiran J. Hasil uji FTIR natrium disianamida	56
Lampiran K. Hasil pengamatan uji titik leleh	57
Lampiran L. Hasil Uji SEM-EDS D-1-A	58
Lampiran M. Hasil uji SEM-EDS D-4-M-b	60





BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa kompleks adalah salah satu material anorganik yang berkembang cukup pesat karena memiliki banyak kemudahan untuk disintesis dengan pilihan logam [1], ligan dan metode yang beragam [2] sehingga mudah dimodifikasi untuk meningkatkan dan memvariasikan manfaatnya. Senyawa kompleks memiliki banyak aplikasi dalam bidang industri maupun kesehatan misalnya katalis [3], material magnet [4], adsorben [5], antibakteri [6], fotosensitizer [7], dll.

Salah satu kompleks yang masih sering dikembangkan adalah kompleks dengan ligan disianamida (dca). Hal ini dikarenakan ligan dca memiliki banyak pilihan pola koordinasi dengan atom pusat [8] sehingga dapat menghasilkan berbagai jenis struktur kompleks yang mengarah pada berbagai bentuk aplikasi yang bervariasi. Selain itu, ligan dca kaya akan elektron π karena memiliki dua gugus nitril ($C\equiv N$) [9] dan dapat berperan sebagai ligan terminal maupun ligan jembatan [6]. Khususnya sejak penemuan sifat *long-range magnetic order* yang terdapat pada senyawa α -[M(dca)₂] [9, 10], kompleks dca banyak diteliti karena memiliki potensi sebagai material magnet. Logam transisi yang pernah dilaporkan dalam sintesis [M(dca)₂] antara lain Pb^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , dan Ni^{2+} [9, 11, 12]. Kompleks M(II)-dca memiliki sifat magnetik yang beragam seperti antiferromagnetik lemah, antiferromagnetik kuat, dan ferromagnetik lemah [8].

Pada penelitian ini kompleks [Co(dca)₂] akan dimodifikasi dengan penambahan ligan netral yaitu niasinamida (untuk selanjutnya disingkat dengan nia). Ion kobalt(II) memiliki konfigurasi elektron d^7 dimana orbital d -nya terdapat tiga elektron yang tidak berpasangan sehingga memiliki sifat kemagnetan yang tinggi. Selain ion logam pusat, ligan yang kaya elektron π juga dapat meningkatkan sifat kemagnetan dari kompleks yang dihasilkan. Berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Zheng dan Zhuang (2010), ligan isonikotinamida (4-nic) berhasil ditambahkan ke dalam kompleks M(dca)₂ dan menghasilkan kompleks [Co(dca)₂(4-nic)₂]_n·2nCH₃OH yang memiliki sifat antiferromagnetik



lemah [13]. Beberapa ligan netral lainnya juga telah dilaporkan, salah satunya oleh Mautner dkk. (2019) [14] yang melaporkan sintesis $[\text{Co}(\mu_{1,5}\text{-dca})_2(\text{py-NH}_2)_2]_n$, $\text{py-NH}_2 = 3\text{-aminopiridin}$ yang memiliki sifat antiferromagnetik. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan ligan netral dapat mempengaruhi sifat kemagnetan dari kompleks M(II)-dca yang dihasilkan.

Ligan niasinamida akan digunakan dalam rangka mempelajari pengaruh jenis ligan yang berbeda terhadap sifat kemagnetan dari kompleks $[\text{M}(\text{dca})_2(\text{L})]$. Niasinamida termasuk ligan yang kaya elektron π dan mampu bertindak sebagai ligan jembatan melalui gugus karbonil dan piridilnya [15]. Struktur jembatan yang terbentuk dapat membantu pergerakan elektronik antara M(II) dan ligan dari suatu kompleks sehingga mempengaruhi sifat kemagnetan dari kompleks yang dihasilkan. Berdasarkan hasil penelitian, sejauh ini belum ada pelaporan tentang penggunaan ligan niasinamida dalam kompleks Co(II)-dca meskipun niasinamida tersedia secara komersial dengan harga terjangkau. Hal ini membuka kesempatan untuk mengeksplorasi penggunaan niasinamida sebagai ligan yang diperkirakan dapat memberikan pengaruh pada sifat magnetik kompleks M(II)-dca .

Metode sintesis yang seringkali digunakan dalam sintesis kompleks M(II)-dca adalah metode larutan [8, 12, 13, 16–22]. Metode ini merupakan metode yang paling sederhana dibandingkan dengan metode yang lain. Selain itu, metode ini juga sejalan dengan konsep *green chemistry* dimana digunakan sedikit bahan kimia, pelarut yang ramah bagi lingkungan, dapat dilakukan pada suhu ruang (hemat energi), dan tidak memerlukan perangkat yang rumit [23].

Selain dipengaruhi oleh metode sintesis, pembentukan kristal juga dipengaruhi oleh faktor-faktor lain seperti ion logam yang dipakai, pelarut, anion, rasio mol, suhu [24] dll. Faktor – faktor tersebut dapat bersifat saling terkait (*dependent*) maupun tidak saling terkait (*independent*) tergantung kondisi dan senyawa yang ingin dihasilkan. Reaksi yang berbeda akan memberikan pengaruh yang berbeda pula. Oleh karena itu hasil studi tentang faktor-faktor yang mempengaruhi komposisi, struktur, dan sifat senyawa kompleksnya dapat bervariasi.

Pada penelitian ini faktor yang akan dikaji adalah variasi pelarut dan rasio mol Co(II):dca:nia karena diperkirakan akan mempengaruhi pembentukan padatan senyawa kompleks Co(II)-dca-



nia. Penggunaan rasio mol yang berbeda dapat memberikan senyawa dan rendemen yang berbeda, sedangkan penggunaan pelarut yang berbeda diperkirakan dapat mempengaruhi kondisi lingkungan selama proses kristalisasi maupun produk dari senyawa kompleks.

Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian ini akan difokuskan pada sintesis senyawa kompleks Co(II)-dca-nia menggunakan metode larutan dengan variasi pelarut dan rasio mol, dimana sintesis dianggap berhasil apabila produk Co(II)-dca-nia yang diperoleh berupa padatan.

1.2 Perumusan Masalah

1. Bagaimana sintesis senyawa kompleks Co(II)-dca-nia dengan metode larutan?
2. Bagaimana hasil karakterisasi senyawa kompleks yang diperoleh?
3. Bagaimana pengaruh variasi pelarut terhadap senyawa kompleks yang diperoleh?
4. Bagaimana pengaruh variasi rasio mol Co(II):dca:nia terhadap senyawa kompleks yang diperoleh?

1.3 Batasan Masalah

1. Metode yang digunakan adalah metode larutan dengan teknik pencampuran langsung pada suhu ruang dengan lama reaksi 21 hari.
2. Bahan dasar yang digunakan adalah kobalt(II) nitrat heksahidrat, natrium disianamida, dan niasinamida.
3. Variasi pelarut yang digunakan untuk mensintesis senyawa kompleks Co(II)-dca-nia adalah air dan metanol.
4. Rasio mol yang digunakan untuk mensintesis senyawa kompleks Co(II)-dca-nia adalah 1:2:2 dan 1:2:4.
5. Karakterisasi dilakukan hanya pada produk berupa padatan dengan menggunakan FTIR, uji titik leleh, dan SEM-EDS.
6. Sintesis dianggap berhasil apabila produk padatan merupakan senyawa Co(II)-dca-nia.
7. Uji sifat kemagnetan tidak dilakukan dalam penelitian ini.

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mendapatkan senyawa kompleks Co(II)-dca-nia dengan metode larutan.
2. Mengetahui hasil karakterisasi dari senyawa kompleks yang diperoleh melalui FTIR, uji titik leleh, dan SEM-EDS.
3. Mengetahui pengaruh variasi pelarut terhadap senyawa kompleks yang diperoleh.
4. Mengetahui pengaruh variasi rasio mol Co(II):dca:nia terhadap senyawa kompleks yang diperoleh.

1.5 Manfaat Penelitian

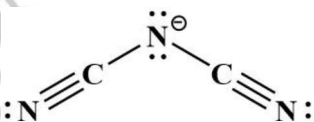
Manfaat dari penelitian ini adalah diperoleh formulasi yang tepat dalam pembuatan senyawa kompleks Co(II)-dca-nia yang berpotensi menjadi material magnet sehingga dapat diaplikasikan dalam bidang industri maupun bidang elektronik lainnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Kompleks Kobalt(II) Disianamida

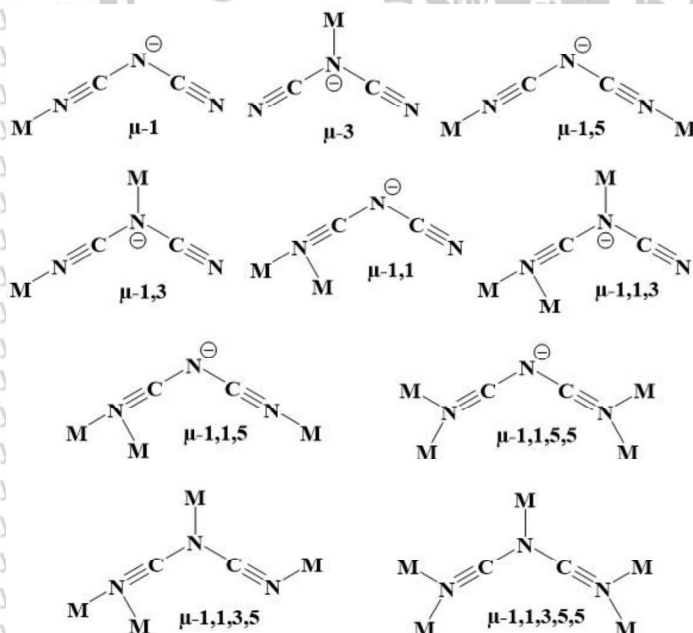
Ligan disianamida (dca , $N(CN)_2^-$) (**Gambar 2.1**) telah menarik perhatian para ilmuwan karena keunikan yang dimilikinya. Senyawa dca banyak digunakan sebagai ligan untuk menyusun senyawa polimer baik sebagai ligan terminal maupun ligan jembatan dengan mode ikatan koordinasi yang sangat beragam. Tidak hanya itu, ligan dca juga dapat membantu kita memahami adanya hubungan antara struktur molekul dengan sifat magnet [20]. Dalam susunan senyawa kompleks koordinasi, apabila mengandung ion logam yang bersifat paramagnetik maka dapat berfungsi sebagai dasar molekul magnet. Kebanyakan kompleks $M(II)$ - dca menunjukkan kopling antiferromagnetik lemah, namun beberapa kasus menunjukkan kopling antiferromagnetik kuat, dan ferromagnetik lemah [8]. Oleh karena itu, ligan dca banyak digunakan sebagai ligan jembatan dalam pembuatan material magnet, misalnya pada struktur 3D $[Co(dca)_2]_n$ yang bersifat ferromagnetik [12].



Gambar 2.1: Struktur ion disianamida [9]

Rekayasa senyawa kompleks koordinasi menggunakan ligan dca telah banyak dilaporkan. Selain sifat unik yang dimiliki, senyawa kompleks tersebut memiliki potensi untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti penyerapan gas, katalisis, material magnet, dan sebagainya [13]. Senyawa dca dapat diperoleh dalam bentuk natrium disianamida ($NaN(CN)_2$) yang merupakan molekul planar bengkok (*angular planar*) [25]. Ligan disianamida memiliki tiga atom nitrogen yaitu dua atom nitrogen terminal dan satu atom nitrogen pusat yang dapat berkoordinasi dengan ion logam pusat dan dapat berperan sebagai ligan uni-, bi-, dan tridentat [6] serta memungkinkan membentuk struktur senyawa kompleks berdimensi tinggi [19].

Keunikan mode koordinasi yang diberikan oleh ligan dca dalam berikatan dengan ion logam pusat memberikan bentuk senyawa polimer yang unik pula [26]. Perbedaan mode koordinasi ligan dca dengan ion logam pusat (**Gambar 2.2**) memungkinkan pembentukan senyawa kompleks dengan struktur sistem mononuklir, polinuklir, dan jaringan dimensional 1D, 2D, dan 3D [27]. Senyawa dca juga sering digunakan untuk sintesis senyawa kompleks logam transisi untuk mengkaji material magnetik berbasis molekul multidimensi maupun bidang lainnya [28].



Gambar 2.2: Variasi mode ikatan ligan disianamida dengan ion logam pusat (M) [8]

Sebagian besar kompleks logam yang mengandung ligan dca, ligan dca menunjukkan pola koordinasi $\mu-1,5$ dan berperan sebagai perantara interaksi magnetik yang lemah dengan ion logam paramagnetik [29]. Kobalt merupakan salah satu logam yang sama seperti Fe, kobalt dapat dimagnetisasi dan diaplikasikan sebagai material magnet [30] karena adanya elektron tidak berpasangan pada orbital d. Stabilitas magnetik dari kompleks kobalt telah diamati

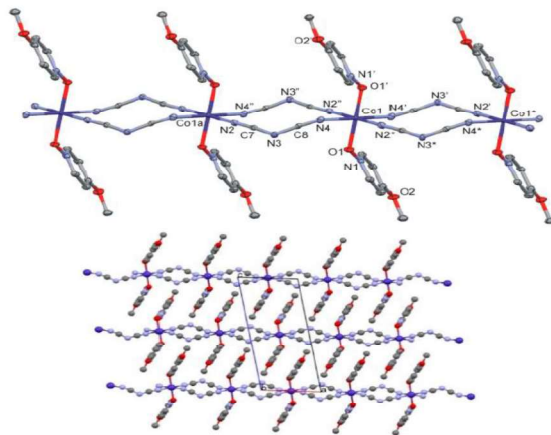
dengan berbagai kondisi lingkungan koordinasi termasuk pada geometri oktahedral, tetrahedral, trigonal planar, dan trigonal piramidal [4]. Beberapa penelitian yang telah dilaporkan, berhasil mensintesis senyawa kompleks Co(II)-dca-L , L= ligan, menggunakan metode larutan dengan berbagai pelarut seperti pelarut air [8, 12, 13, 18, 20], metanol [16, 17, 22], etanol [12, 21], dan asetonitril [19]. Hasil penelitian tersebut dirangkum pada **Tabel 2.1**.

Tabel 2.1: Penelitian sintesis Co(II)-dca-L yang berhasil dilakukan

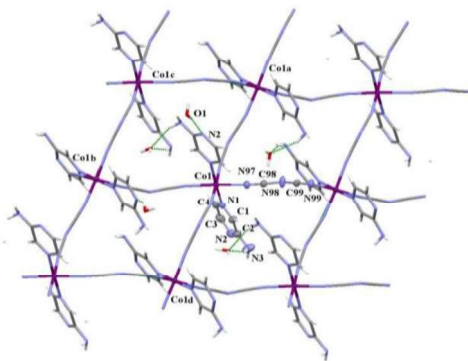
Kompleks [Sumber pustaka]	Metode
$[\text{Co}(\text{pypz})(\text{dca})(\text{H}_2\text{O})] \cdot (\text{dca})$ [Switlicka et al. (2020)]	Metode: larutan, suhu ruang Bahan: $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Na-dca, 2,6-bis(pirazol-1-il)piridin (pypz), pelarut metanol.
$[\text{Co}(\mu_{1,5}\text{-dca})_2(4\text{-MOP-NO})_2]_n$ [Mautner dkk. (2019)]	Metode: larutan, rasio mol 1:2:2. Bahan: $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Na-dca, 4-metoksipiridin-N-oksida (4-MOP-NO), pelarut air
$[\text{Co}(\mu_{1,5}\text{-dca})_2(\text{py-NH}_2)_2]_n$ [Mautner dkk. (2019)]	Metode: larutan, rasio mol 1:2:2, pemanasan 80°C Bahan: $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Na-dca, 3-aminopiridin, pelarut air:metanol (1:2)
<ul style="list-style-type: none"> $\{[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{NH}_2\text{pyz})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}\}_n$ $[\text{Co}_3(\text{dca})_6(\text{HOPyz})_5(\text{H}_2\text{O})_2]_n$ [Palion-Gazda et al. (2019)]	Metode: larutan, rasio mol 1:2:2, waktu 2 minggu, suhu ruang Bahan: $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Na-dca, 2-aminopirazin (NH_2pyz), 2-hidroksipirazin (Hopyz), pelarut metanol.
<ul style="list-style-type: none"> $[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{bim})_4]$ $[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{bim})_2]_n$ $[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{bmim})_2]_n$ [Switlicka et al. (2016)]	Metode: larutan, rasio mol 1:2:4 dan 1:2:2, suhu ruang. Bahan: $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Na-dca, 1-benzilimidazol (bim), 1-benzil-2-metilimidazol (bmim), pelarut metanol.
$[\text{Co}^{\text{II}}(4\text{NOpy})_x(\text{dca})_y]_n$ [Ogawa et al. (2016)]	Metode larutan, rasio mol 1:2:2 Bahan: $\text{Co}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Na-dca, dan 4-(N-tert-butiloksilamino)piridin (4NOpy), pelarut asetonitril

[Co(2-ampy) ₂ (dca) ₂] [Yuoh et al. (2015)]	Metode: larutan, rasio mol 1:2:4 Bahan: Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O, Na-dca, 2-aminopiridin (2-ampy), pelarut etanol dan air:etanol (1:1).
[Co(hmpH) ₂ (dca) ₂] [Zheng (2013)]	Metode: larutan, rasio mol 1:2:2, suhu ruang Bahan: Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O, Na-dca, 2-(hidroksimetil)piridin (hmpH), pelarut air dan metanol.
[Co(dca) ₂ (4-nic) ₂] _n ·2nCH ₃ OH [Zheng & Zhuang (2010)]	Metode larutan, rasio mol 1:2:2, suhu ruang Bahan: Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O, Na-dca, 4-nikotinamida (4-nic), pelarut metanol
<ul style="list-style-type: none"> • [Co₂(dca)₄(2,5-dmpdo)₂] • [Co₃(dca)₆(H₂O)₄]·2(2,3,5-tmpdo) • [Co(dca)₂(H₂O)₂]·2(2,3,5,6-tpmdo) [Sun et al. (2005)]	Metode: larutan, rasio mol 1:2:1, suhu ruang Bahan: CoCl ₂ ·6H ₂ O, Na-dca, 2,5-dimetilpirazin-dioksida (2,5-dmpdo), 2,3,5-trimetil-pirazindioksida (2,3,5-tmpdo), 2,3,5,6-tetrametil-pirazindioksida (2,3,5,6-tpmdo), pelarut air.
[Co(tmeda)(dca) ₂] [Luo et al. (2004)]	Metode: larutan, pelarut air:etanol (1:4) Bahan : Co(II) asetat, Na-dca, dan tmeda (tetrametiletilendiamin)

Penelitian yang dilakukan oleh Mautner et al. [8] menunjukkan keberhasilan sintesis Co(II)-dca-L, L= 4-metoksipiridin-N-oksida (4-MOP-NO) menggunakan metode larutan dan menghasilkan senyawa kompleks 1D catena-[Co($\mu_{1,5}$ -dca)₂(4-MOP-NO)₂] ditunjukkan pada **Gambar 2.3**. Selain itu, Palion-Gazda et al. [17] berhasil mensintesis senyawa kompleks $\{[Co(dca)_2(NH_2pyz)_2] \cdot H_2O\}_n$ membentuk struktur 2D melalui metode larutan dengan ligan dca dan 2-aminopirazina yang ditunjukkan pada **Gambar 2.4**.

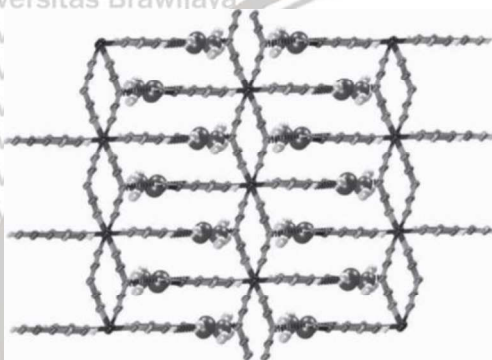


Gambar 2.3: Struktur senyawa kompleks 1D catena-[Co($\mu_{1,5}$ -dca) $_2$ (4-MOP-NO) $_2$] [8]



Gambar 2.4: Struktur senyawa kompleks 2D {[Co(dca) $_2$ (NH $_2$ pyz) $_2$ •H $_2$ O] $_n$ } [17]

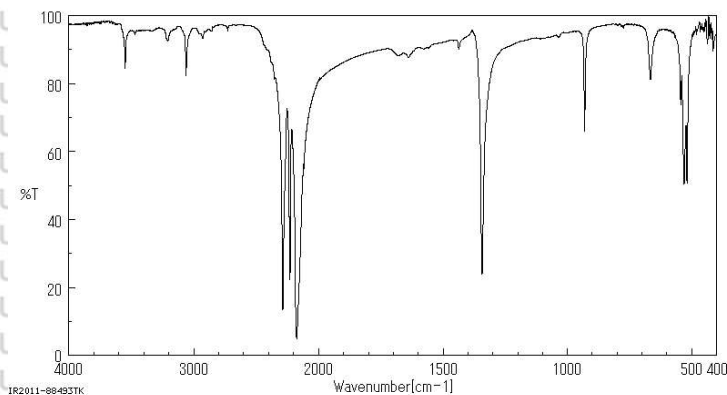
Sementara struktur kompleks 3D dari Co(II)-dca-L berhasil disintesis oleh Zheng dan Zhuang membentuk kompleks [Co(dca) $_2$ (4-nic) $_2$] $_n$ •2nCH $_3$ OH yang ditunjukkan pada **Gambar 2.5** menggunakan metode larutan dengan ligan yang digunakan adalah isonikotinamida (4-nic) yang merupakan salah satu isomer niasinamida [13]. Hal ini membuktikan adanya variasi jaringan yang disebabkan oleh adanya ligan dca dengan ligan organik lain.



Gambar 2.5: Struktur senyawa kompleks 3D $[\text{Co}(\text{dca})_2(4\text{-nic})_2]_n \cdot 2n\text{CH}_3\text{OH}$ [13]

Penambahan ligan organik ke dalam sistem senyawa kompleks $\text{M}(\text{II})\text{-dca}$ dapat memungkinkan perubahan dimensi dari dimensi rendah ke dimensi yang lebih tinggi (1D hingga 3D) [13] sehingga berpotensi untuk dikembangkan lebih lanjut dalam pembuatan MOF (*Metal Organic Framework*) yang mampu diaplikasikan sebagai sarana pengantar obat (*drug delivery*) [31], pembuatan material magnet [32], katalisis, penyimpanan gas, luminesensi, pengolahan air [33, 34] dll.

Pola pita serapan spektra IR dari senyawa natrium disianamida (**Gambar 2.6**) menunjukkan adanya gugus-gugus spesifik yaitu gugus nitril ($\text{C}\equiv\text{N}$), dan gugus amina ($\text{N}-\text{C}$). Karakteristik natrium disianamida ditunjukkan pada tiga pita serapan kuat pertama pada daerah 664 , 930 dan 1340 cm^{-1} yang berturut-turut menunjukkan adanya mode deformasi bidang $\text{N}-\text{C}=\text{N}$, regangan simetris $\text{C}=\text{N}$, dan regangan asimetris $\text{N}-\text{C}$. Selain itu, terdapat pula pita serapan signifikan yang berada pada daerah $2100\text{-}2300\text{ cm}^{-1}$ dimana pada $2161\text{-}2179\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan regangan simetris dari $\text{C}\equiv\text{N}$. Sedangkan dua pita serapan terakhir pada puncak. Pita tajam pada daerah 2277 cm^{-1} dan 2285 cm^{-1} berturut-turut menunjukkan kombinasi $\text{N}-\text{C}$ simetris dan asimetris serta kombinasi $\text{C}\equiv\text{N}$ peregangan simetris dan asimetris [25].



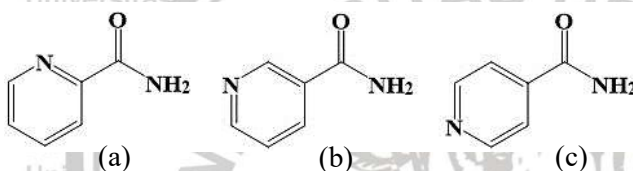
Gambar 2.6: Spektra IR natrium disianamida [35]

2.2 Ligan Niasinamida

Berdasarkan beberapa penelitian yang sudah disebutkan dalam sintesis Co(II)-dca-L (L= ligan), ligan yang sering digunakan adalah ligan organik yang memiliki struktur senyawa N-heterosiklik seperti turunan pirazin [17] dan piridin [18, 19] atau 4,4-bipiridin yang merupakan ligan netral donor N- dan O- [36]. Menurut pola koordinasinya ligan dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu ligan terminal (misal 4-pikolina, sianopiridin) dan ligan jembatan (misal asam nikotinat, pirazin dioksida, dan pirimidin). Dalam kasus senyawa kompleks M(II)-dca penambahan ligan jembatan dapat memperluas senyawa koordinasi logam-dca ke dimensi yang lebih tinggi melalui interaksi koordinasi [13].

Senyawa niasinamida (**Gambar 2.7**) merupakan salah satu turunan piridin dengan struktur N-heterosiklik [37]. Niasinamida dikenal juga dengan nikotinamida, Vitamin B3, provitamin PP dengan nama IUPAC Piridin-3-karboksamida. Niasinamida memiliki kelarutan yang baik dalam air, metanol, etanol, dan beberapa pelarut organik lain, tetapi sukar larut dalam pelarut eter dan bensena [38]. Niasinamida banyak dimanfaatkan dalam bidang kesehatan (seperti pengobatan penyakit hiperkolesteremia, pellagra, dan pengobatan gangguan penyakit tertentu) karena merupakan bahan aktif dalam berbagai polivitamin. Selain itu, niasinamida juga mulai digunakan sebagai ligan untuk mensintesis kompleks logam yang dapat memiliki aktifitas biologis yang tinggi [34, 39]. Niasinamida

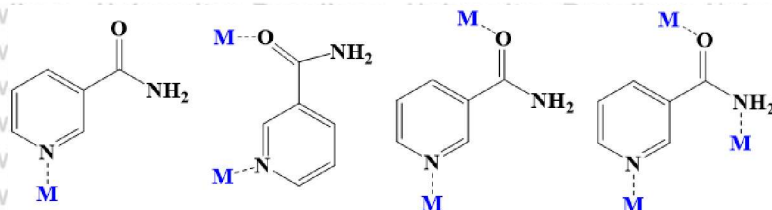
memiliki tiga isomer yaitu (a) pikolinamida, (b) niasinamida, dan (c) isonikotinamida seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.7** [15].



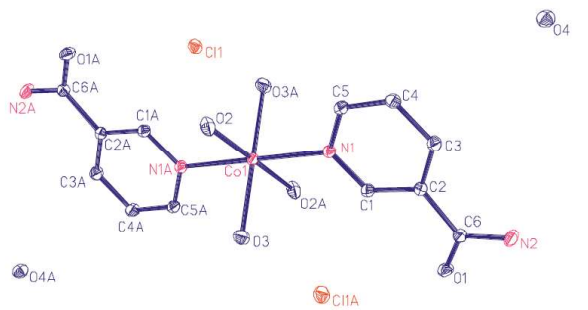
Gambar 2.7: Struktur molekul (a) pikolinamida, (b) niasinamida, (c) isonikotinamida [15]

Ligan niasinamida membentuk ikatan koordinasi dengan logam pusat dapat melalui donor elektron dari atom N primer pada cincin siklik dan atom O karbonil sehingga ligan niasinamida disebut juga dengan ligan bidentat. Disamping itu, ligan niasinamida juga dapat disebut ligan monodentat karena koordinasi dengan ion logam hanya melalui donor N- pada gugus piridil (**Gambar 2.8**) [15, 40]. Ligan niasinamida termasuk dalam ligan kaya elektron π sehingga selain bermanfaat dalam bidang kesehatan juga diperkirakan dapat mendukung pembentukan material magnet dalam kompleks Co(II)-dca.

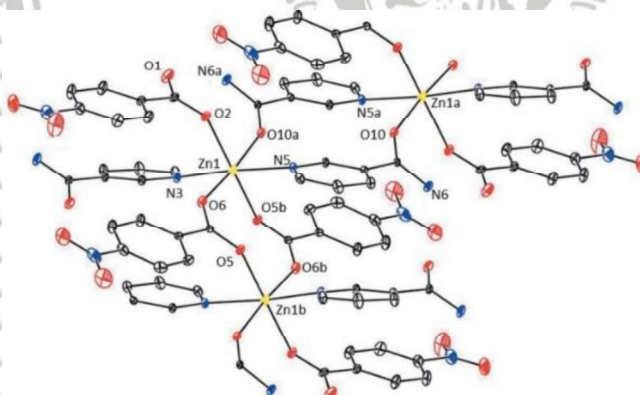
Penelitian yang dilakukan oleh Xue *et al.* [15] berhasil mensintesis senyawa kompleks Co(II) dengan ligan niasinamida menghasilkan struktur seperti pada **Gambar 2.9** dimana niasinamida bertindak sebagai ligan monodentat membentuk ikatan koordinasi yang dapat memiliki sifat kemagnetan yang bagus. Pada penelitian yang dilakukan oleh Askin *et al.* [41] menghasilkan senyawa kompleks $[\text{Zn}(\mu\text{-C}_7\text{H}_4\text{NO}_4)_2(\mu\text{-niasinamida})]_n$, dimana ligan niasinamida bertindak sebagai ligan jembatan (**Gambar 2.10**).



Gambar 2.8: kemungkinan pola koordinasi ligan niasinamida dengan ion logam M [23]

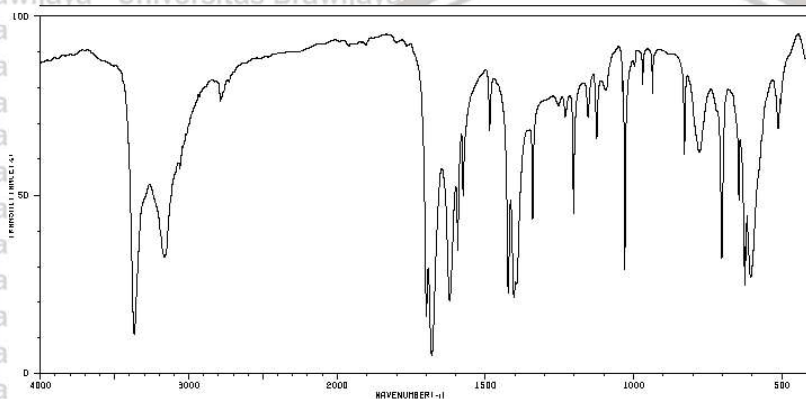


Gambar 2.9: Struktur kompleks $[\text{Co}(\text{nia})_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [15]

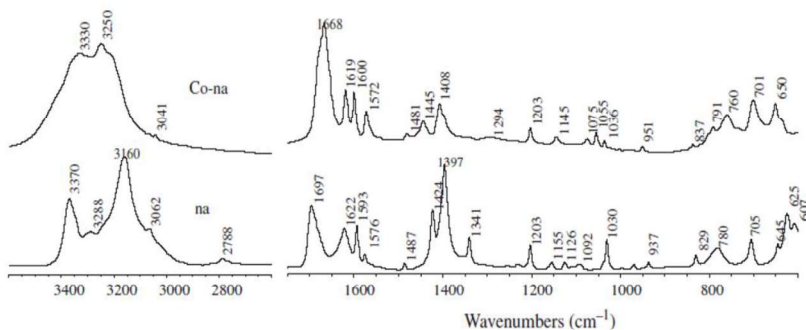


Gambar 2.10: Struktur $[\text{Zn}(\mu\text{-C}_7\text{H}_4\text{NO}_4)_2(\mu\text{-niasinamida})]_n$ [41]

Spektra IR dari niasinamida memiliki puncak-puncak khas yang dihasilkan dari beberapa gugus fungsi penyusunnya diantaranya gugus amina (N-H), karbonil (C=O,) dan C-N (**Gambar 2.11**). Puncak pita serapan tajam terbentuk pada daerah $3370 - 3160 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya peregangan gugus N-H (*N-H stretching*), selain itu terdapat pula pita serapan pada daerah $1660\text{-}1580 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi ikatan N-H *bending*. Vibrasi ulur gugus karbonil (C=O) ditunjukkan pada daerah $1780\text{-}1680 \text{ cm}^{-1}$. Pada daerah $1600\text{-}1500 \text{ cm}^{-1}$ vibrasi ulur gugus C-N dari cincin siklik, sedangkan $\nu_{\text{C-N}}$ ditunjukkan pada bilangan gelombang 1397 cm^{-1} [42]. Ketika ligan niasinamida membentuk kompleks dengan logam Co(II), pola pita serapan yang dihasilkan dari spektra IR akan mengalami pergeseran seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.12**.



Gambar 2.11: Spektra IR Niasinamida [35]



Gambar 2.12: Perbandingan spektra IR na (niasinamida) dengan kompleks Co(II)-na, sb.Y = %A [15]

Puncak-puncak serapan dapat bergeser ke bilangan gelombang yang lebih tinggi atau lebih rendah. Puncak serapan dari niasinamida pada bilangan gelombang 3370 dan 3160 cm^{-1} dari ν_{NH} mengalami pergeseran ke bilangan gelombang 3330 dan 3250 cm^{-1} karena adanya ν_{OH} dan ν_{NH} yang diakibatkan oleh ikatan hidrogen antara gugus N-H dengan molekul air. Pergeseran juga terjadi pada $\nu_{\text{C=O}}$ ke bilangan gelombang 1668 cm^{-1} . Pada ν_{CN} mengalami pergeseran ke bilangan gelombang 1408 cm^{-1} , sedangkan ν_{CN} dari cincin siklik pita serapan bergeser ke bilangan gelombang 1600 dan 1572 cm^{-1} [15].

2.3 Sintesis Senyawa Kompleks

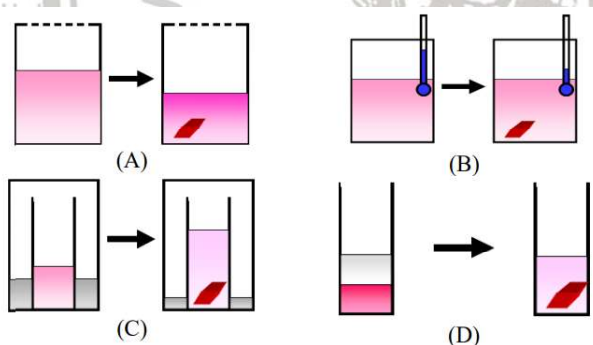
Sejak adanya konsep dasar senyawa kompleks/senyawa koordinasi dan teori koordinasi modern yang dikenalkan oleh Werner, berbagai macam senyawa koordinasi telah berhasil disintesis. Metode yang digunakan untuk sintesis senyawa koordinasi bermacam-macam, seperti metode larutan (*one-pot solution reaction*), metode gel, metode hidrotermal/solvotermal, metode elektrokimia, dll [2]. Dalam kasus sintesis senyawa kompleks M(II)-dca, metode yang banyak dilaporkan adalah metode larutan [8, 12, 13, 16–22].

Meskipun senyawa koordinasi biasanya memiliki ikatan yang kuat, akan tetapi ketidakpastian dan keragaman struktural merupakan masalah intrinsik dalam sintesis senyawa kompleks karena adanya beberapa faktor. Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi sintesis senyawa kompleks diantaranya suhu, pH, pelarut, konter ion, metode yang digunakan, konsentrasi, rasio mol [2, 24] dll. Molekul pelarut yang digunakan dalam sintesis senyawa kompleks dapat memberikan efek langsung terhadap kelarutan baik reaktan maupun produk. Selain itu, pelarut juga dapat mempengaruhi struktur produk antara dan produk akhir melalui interaksi supramolekul antara pelarut dan produk. Oleh karena itu, molekul pelarut tidak hanya mempengaruhi kondisi lingkungan selama sintesis tetapi juga dapat mempengaruhi struktur produk melalui interaksi dengan produk sehingga dapat mengarah pada struktur yang berbeda [2].

Penggunaan pelarut air dan metanol pada penelitian ini dikarenakan kedua pelarut tersebut memiliki perbedaan polaritas, densitas, maupun titik didih sehingga dapat dibandingkan hasilnya. Menurut data yang ada, pelarut air memiliki indeks kepolaran sebesar 10,2 sedangkan pelarut metanol memiliki indeks kepolaran 5,1 [43]. Data densitas menunjukkan bahwa pelarut air memiliki densitas sebesar 0,998 g/mL dan metanol memiliki densitas sebesar 0,791 g/mL. Titik didih pelarut air dan metanol berturut adalah 100 °C dan 64,6 °C [44]. Rasio mol atau stoikiometri juga dapat memberikan pengaruh signifikan terhadap topologi dari produk yang disintesis [45].

Metode larutan, salah satu metode konvensional yang paling umum digunakan untuk mensintesis senyawa kompleks, merupakan metode sintesis dimana larutan logam dan ligan secara langsung dicampurkan. Pelarut yang aman dan umum digunakan adalah air.

Akan tetapi, apabila ligan atau bahan yang digunakan tidak dapat larut dalam air maka dapat digunakan pelarut organik seperti alkohol, aseton, asetonitril, dimetilformamida (DMF), dimetilsulfoksida dll [2]. Metode larutan dapat dikondisikan dengan beberapa teknik seperti ilustrasi pada **Gambar 2.13** yaitu (A) penguapan lambat (*slow evaporation*), (B) pendinginan lambat (*slow cooling*), (C) difusi uap (*vapor diffusion*), dan (D) difusi larutan (*liquid-liquid diffusion*) [46].



Gambar 2.13: Ilustrasi beberapa teknik pada metode larutan [46]

Secara umum, kristalisasi akan dimulai ketika konsentrasi suatu senyawa dalam pelarut lebih tinggi daripada kelarutan produk dari senyawa tersebut. Pendekatan termudah yang dapat dilakukan adalah dengan menguapkan pelarut untuk meningkatkan konsentrasi hingga kristalisasi terjadi. Pada metode larutan, teknik penguapan lambat [Gambar 2.13 (A)] merupakan teknik yang paling mudah dilakukan dimana larutan logam dan ligan langsung dicampurkan kemudian dibiarkan menguap dengan tidak menutup tabung terlalu rapat. Meskipun reaksi langsung tersebut dapat menyebabkan terbentuknya nukleasi yang terlalu banyak sehingga kristal yang dihasilkan kecil, metode tersebut telah banyak digunakan dan dilaporkan berhasil memperoleh senyawa kompleks yang diinginkan.

Pada teknik pendinginan lambat [Gambar 2.13 (B)] didasarkan pada senyawa lebih mudah larut dalam pelarut panas sehingga seiring dengan penurunan suhu dapat terjadi kristalisasi. Teknik difusi uap dan difusi larutan [Gambar 2.13 (C) dan (D)] menggunakan sistem pelarut biner (dua pelarut) sehingga pencampuran lambat dapat terjadi dan kristal dapat tumbuh perlahan.

Pada sistem teknik difusi uap, salah satu pelarut harus memiliki laju penguapan yang lebih tinggi agar dapat berdifusi pada pelarut dengan laju penguapan yang lebih rendah. Sedangkan, pada sistem teknik difusi larutan, salah satu pelarut harus memiliki densitas yang lebih tinggi agar terbentuk lapisan, dan difusi larutan terjadi secara perlahan [46].



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang dalam kurun waktu empat bulan terhitung mulai bulan Maret-Juni 2021. Karakterisasi produk dilakukan di Laboratorium Instrumentasi Kimia, FMIPA Universitas Brawijaya dan Laboratorium Sentral Ilmu Hayati (LSIH) Universitas Brawijaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi gelas kimia 100 mL, gelas ukur 25 mL, botol plastik *presstop* 30 mL ($d=2,4$ cm), corong gelas, gelas arloji, pipet tetes, pengaduk elektrik dan batang magnet, batang pengaduk gelas, kertas saring, desikator, dan timbangan analitik (Sartorius Entris323-1S). Instrumentasi yang digunakan adalah spektrofotometer inframerah (IR Spirit-T Shimadzu), *melting point apparatus* InnoTech DMP800 dan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS) FEI Quanta FEG 650.

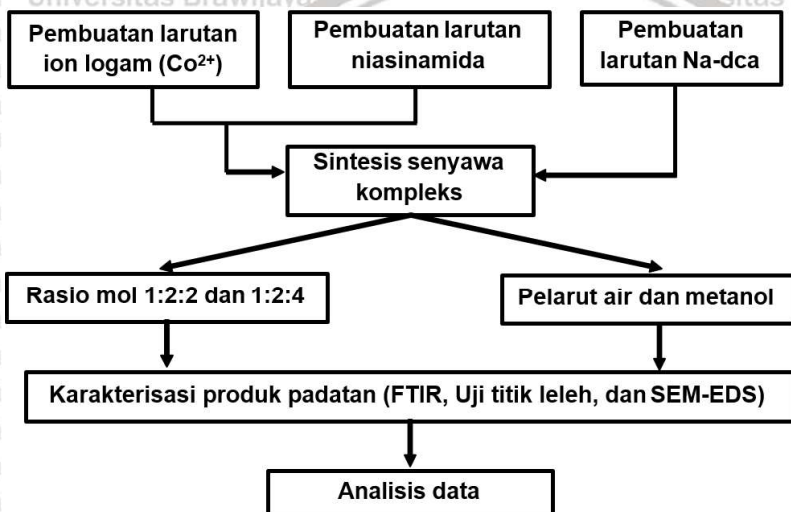
3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah kobalt(II) nitrat heksahidrat (p.a), natrium disianamida (p.a), niasinamida (p.a), metanol (p.a), dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan berdasarkan tahapan berikut:

1. Sintesis senyawa kompleks
2. Karakterisasi produk padatan
3. Analisis data



Gambar 3.1: Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Sintesis Senyawa Kompleks

Preparasi larutan dilakukan untuk menyiapkan masing-masing larutan logam kobalt(II), ligan dca, dan ligan nia dalam gelas yang berbeda dengan variasi pelarut dan rasio mol. Terdapat 8 seri reaksi yang dilakukan sebagaimana disajikan dalam tabel berikut:

Tabel 3.1: Kode dan seri reaksi

Kode reaksi	Rasio mol (Co:dca:nia)	Jumlah mol yang dipakai (mmol)	Pelarut
D-1-A	1 : 2 : 2	0,5 : 1 : 1	Air
D-2-M	1 : 2 : 2	0,5 : 1 : 1	Metanol
D-3-A	1 : 2 : 4	0,5 : 1 : 2	Air
D-4-M	1 : 2 : 4	0,5 : 1 : 2	Metanol
D-5-A	1 : 2 : 0	0,25 : 0,5 : 0	Air
D-6-M	1 : 2 : 0	0,25 : 0,5 : 0	Metanol
D-7-A	1 : 0 : 4	0,5 : 0 : 2	Air
D-8-M	1 : 0 : 4	0,5 : 0 : 2	Metanol

3.4.1.1 Sintesis Senyawa Kompleks D-1-A dan D-2-M

Padatan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (145 mg, 0,5 mmol), niasinamida (122 mg, 1 mmol) dan Na-dca (89 mg, 1 mmol) masing-masing dilarutkan dengan air sebanyak 5 mL dalam wadah berbeda. Larutan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan niasinamida dicampurkan kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet. Selanjutnya larutan Na-dca dimasukkan ke dalam campuran dan pengadukan dilanjutkan selama 5 menit. Hasil campuran berwarna merah dibiarkan berevaporasi secara perlahan pada suhu ruang. Apabila terbentuk produk berupa padatan kemudian difiltrasi (pemisahan padatan dari larutannya) dan dilakukan pengeringan pada suhu ruang. Padatan kering dimasukkan ke dalam desikator selama 3 hari. Padatan kering kemudian ditimbang agar dapat diketahui massa yang dihasilkan. Selanjutnya dapat dilakukan tahap karakterisasi produk. Sintesis pada kode D-2-M identik dengan kode D-1-A hanya mengubah pelarut air menjadi metanol.

3.4.1.2 Sintesis Senyawa Kompleks D-3-A dan D-4-M

Padatan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (145 mg, 0,5 mmol), niasinamida (244 mg, 2 mmol) dan Na-dca (89 mg, 1 mmol) masing-masing dilarutkan dengan air sebanyak 5 mL dalam wadah berbeda. Larutan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan niasinamida dicampurkan kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet. Selanjutnya larutan Na-dca dimasukkan ke dalam campuran dan pengadukan dilanjutkan selama 5 menit. Hasil campuran berwarna merah dibiarkan berevaporasi secara perlahan pada suhu ruang. Apabila terbentuk produk berupa padatan kemudian difiltrasi (pemisahan padatan dari larutannya) dan dilakukan pengeringan pada suhu ruang. Padatan kering dimasukkan ke dalam desikator selama 3 hari. Padatan kering kemudian ditimbang agar dapat diketahui massa yang dihasilkan. Selanjutnya dapat dilakukan tahap karakterisasi produk. Sintesis pada kode D-4-M identik dengan kode D-3-A hanya mengubah pelarut air menjadi metanol.

3.4.1.3 Sintesis Senyawa Kompleks D-5-A dan D-6-M

Padatan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (72,8 mg, 0,25 mmol) dan Na-dca (44,5 mg, 0,5 mmol) masing-masing dilarutkan dengan air sebanyak 5 mL dalam wadah berbeda. Larutan dca dicampurkan secara perlahan dengan larutan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Hasil campuran berwarna merah dibiarkan berevaporasi secara perlahan pada suhu ruang.

Apabila terbentuk produk berupa padatan kemudian difiltrasi (pemisahan padatan dari larutannya) dan dilakukan pengeringan pada suhu ruang. Padatan kering dimasukkan kedalam desikator selama 3 hari. Padatan kering kemudian ditimbang agar dapat diketahui massa yang dihasilkan. Selanjutnya dapat dilakukan tahap karakterisasi produk. Sintesis pada kode D-6-M identik dengan kode D-5-A hanya mengubah pelarut air menjadi metanol.

3.4.1.4 Sintesis Senyawa Kompleks D-7-A dan D-8-M

Padatan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (145 mg, 0,5 mmol) dan niasinamida (244 mg, 2 mmol) masing-masing dilarutkan dengan air sebanyak 5 mL dalam wadah berbeda. Larutan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan niasinamida dicampurkan dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 5 menit. Hasil campuran berwarna merah kemudian dibiarkan berevaporasi secara perlahan pada suhu ruang. Apabila terbentuk produk berupa padatan kemudian difiltrasi (pemisahan padatan dari larutannya) dan dilakukan pengeringan pada suhu ruang. Padatan kering dimasukkan kedalam desikator selama 3 hari. Padatan kering kemudian ditimbang agar dapat diketahui massa yang dihasilkan. Selanjutnya dapat dilakukan tahap karakterisasi produk. Sintesis pada kode D-2-M identik dengan kode D-1- hanya mengubah pelarut air menjadi metanol.

3.4.2 Karakterisasi produk

Karakterisasi produk hanya dilakukan pada produk berupa padatan. Karakterisasi tersebut dilakukan menggunakan instrumen Spektrofotometri FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*), *melting point apparatus*, dan SEM-EDS (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*).

Karakterisasi gugus fungsi yang ada pada produk dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR. Sampel diuji dengan cara menghaluskan 5-10 mg sampel yang dicampur dengan KBr membentuk pelet dalam cetakan sampel (*sampel holder*). Selanjutnya sampel dapat dianalisis pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Spektra IR yang dihasilkan kemudian dapat dianalisa pada tahap analisis data.

Pengujian titik leleh dilakukan menggunakan *melting point apparatus* untuk mengetahui titik leleh dari produk yang dihasilkan. Sampel dimasukkan pada pipa kapiler kemudian dimasukkan dalam

tempat sampel. Rentang suhu yang digunakan adalah 25–300 °C dengan kenaikan suhu 10 °C per menit. Pengamatan dapat dihentikan dan diambil data apabila terjadi perubahan fasa maupun warna seiring dengan kenaikan suhu.

Karakterisasi morfologi produk dilakukan menggunakan SEM dan untuk mengetahui prediksi formula senyawa kompleks yang dihasilkan menggunakan EDS. Preparasi sampel dilakukan sebelum analisa SEM-EDS dengan cara meletakkan sampel pada *stub* (tempat sampel) menggunakan plester karbon, sampel kemudian dilapisi (*coating*) menggunakan emas (Au). Sampel yang sudah melalui tahap preparasi kemudian dianalisis dalam instrumen SEM-EDS dengan tegangan akselerasi 10 kV pada kondisi *high/low-vacuum*.

3.4.3 Analisis Data

Analisis data dilakukan menggunakan data primer yang didapatkan berdasarkan hasil penelitian kemudian dibandingkan dengan literatur. Analisa data tersebut dilakukan untuk menguatkan hasil penelitian apakah telah berhasil mensintesis senyawa kompleks Co(II)-dca-nia. Data perhitungan variasi rasio mol pada persamaan reaksi akan digunakan untuk menghitung rendemen yang diperoleh. Hasil karakterisasi spektra IR akan digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari produk yang selanjutnya dibandingkan dengan basis data spektra IR atau hasil penelitian sebelumnya. Sementara itu, data yang diperoleh dari uji titik leleh dan SEM-EDS dapat digunakan untuk memastikan dan mendukung hasil yang diperoleh dari spektra IR. Keseluruhan data dianalisa secara deskriptif dan menyeluruh dengan membandingkan hasil studi literatur yang berhubungan dengan penelitian ini.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Kompleks

Pembuatan senyawa kompleks Co(II)-dca-nia dilakukan dengan metode larutan, pada suhu ruang, dengan waktu reaksi selama 21 hari. Sebelum dilakukan proses sintesis senyawa kompleks, perlu dilakukan preparasi larutan yang akan digunakan. Masing-masing bahan yang digunakan dalam fasa padat dilarutkan terlebih dahulu dengan pelarut air atau metanol pada masing-masing variasi rasio seperti yang disajikan pada **Tabel 3.1**. Penggunaan pelarut air dan metanol selain dapat mempengaruhi kelarutan reaktan yang digunakan juga akan dikaji pengaruh penggunaan pelarut yang berbeda terhadap senyawa Co(II)-dca-nia yang diperoleh. Disamping itu, penggunaan variasi rasio mol yang berbeda juga akan dikaji untuk mengetahui pengaruh perbedaan rasio mol terhadap senyawa kompleks yang diperoleh.

Pada tahap sintesis senyawa kompleks digunakan botol plastik *presstop* dengan diameter 2,4 cm dan volume 30 mL. Pertama-tama larutan logam Co(II) dicampurkan terlebih dahulu dengan larutan niasinamida. Hal ini bertujuan untuk meningkatkan kesempatan niasinamida berikatan terlebih dahulu dengan logam Co(II) dan membentuk senyawa kompleks yang masih dalam fasa larutan. Selanjutnya ditambahkan larutan disianamida pada campuran logam dan niasinamida kemudian diaduk selama 5 menit agar campuran dapat dihomogenkan dan mempercepat terjadinya reaksi. Hasil pencampuran tersebut kemudian akan diletakkan pada meja kerja dan dibiarkan bereaksi dalam suhu ruang selama 21 hari.

Pengamatan dilakukan setiap minggunya mulai hari pertama hingga hari ke-21. Hasil pengamatan hari pertama pada reaksi D-1-A hingga D-8-M disajikan dalam **Gambar 4.1**. Berdasarkan gambar tersebut terlihat bahwa selain kode D-4-M, semua variasi tidak membentuk endapan secara langsung, sedangkan pada D-4-M setelah 3 menit pengadukan tampak muncul endapan (ditandai dengan adanya keruhan). Endapan yang dihasilkan pada D-4-M selanjutnya dipisahkan dari filtratnya dan dikeringkan dalam suhu ruang kemudian dimasukkan dalam desikator.



Gambar 4.1: Pengamatan hari pertama dari seri reaksi D-1-A hingga D-8-M (kiri ke kanan)

Pada hari ke-7 (**Gambar 4.2**), D-2-M dan D-3-A menunjukkan adanya padatan yang terbentuk. Padatan yang dihasilkan dari D-2-M berbentuk serbuk berwarna merah muda, sedangkan pada D-3-M padatan yang dihasilkan berbentuk bola-bola kecil di dinding botol reaksi. Disamping itu, seri reaksi yang lain belum menunjukkan adanya padatan yang terbentuk hingga hari ke-14 reaksi berlangsung (**Gambar 4.3**). Reaksi dilanjutkan hingga hari ke-21 dengan tujuan untuk meningkatkan jumlah padatan yang terbentuk. Pada seri reaksi yang tidak menghasilkan padatan, tutup botol reaksi dibuka untuk mempercepat proses penguapan dalam rangka meningkatkan konsentrasi larutan sehingga dapat membentuk padatan.



Gambar 4.2: Pengamatan hari ke-7 dari seri reaksi D-1-A hingga D-8-M (kiri ke kanan)



Gambar 4.3: Pengamatan hari ke-14 dari seri reaksi D-1-A hingga D-8-M (kiri ke kanan)

Pada hari ke-21 (**Gambar 4.4**) terbentuk endapan dari D-1-A dan D-6-M. Padatan yang dihasilkan oleh D-1-A berbentuk bola-bola kecil dan besar berwarna merah muda, sedangkan padatan yang dihasilkan pada D-6-M berbentuk seperti balok berwarna merah. Seri reaksi D-5-A, D-7-A, dan D-8-M tidak menghasilkan padatan. Setelah hari ke-21 reaksi yang menghasilkan padatan (D-1-A, D-2-M, D-3-A, dan D-6-M) selanjutnya diisolasi padatannya menggunakan teknik filtrasi dan dikeringkan dalam suhu ruang kemudian dimasukkan dalam desikator. Filtrat dari masing-masing seri reaksi diukur pH larutannya agar diperoleh informasi kondisi derajat keasaman larutan ketika padatan diisolasi.



Gambar 4.4: Pengamatan hari ke-21 dari seri reaksi D-1-A hingga D-8-M (kiri ke kanan)

Setelah dilakukan isolasi padatan yang terbentuk, filtrat tetap dibiarkan di atas meja kerja dan dibiarkan menguap secara perlahan. Pada filtrat D-4-M setelah dibiarkan menguap terbentuk padatan kembali berwarna merah dan berbentuk kristal (**Gambar 4.5**). Padatan tersebut selanjutnya diisolasi dan dikeringkan seperti halnya padatan sebelumnya.



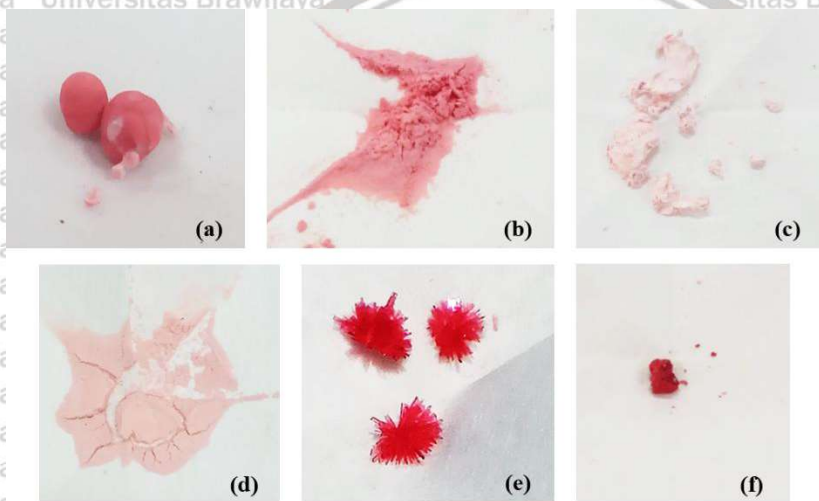
Gambar 4.5 Pengamatan pembentukan padatan kedua dari seri reaksi D-4-M

Massa padatan yang sudah dikeringkan dan pH larutan yang sudah diukur disajikan pada **Tabel 4.1** sedangkan gambar padatan yang didapatkan ditampilkan pada **Gambar 4.6**.

Tabel 4.1: Massa padatan yang diperoleh

Kode	Rasio (Co ^{II} :dca:nia)	Pengamatan	Massa (mg)	pH*
D-1-A	1:2:2	Padatan merah muda	73	7
D-2-M	1:2:2	Padatan merah muda	123	7
D-3-A	1:2:4	Padatan merah muda	115	7
D-4-M-a	1:2:4	Padatan merah muda	185	7
D-4-M-b	1:2:4	Kristal merah	23	7
D-5-A	1:2:0	Larutan jingga	-	6
D-6-M	1:2:0	Padatan merah	30	7
D-7-A	1:0:4	Larutan jingga	-	6
D-8-M	1:0:4	Larutan merah	-	6

*filtrat



Gambar 4.6: Padatan kering hasil sintesis (a) D-1-A, (b) D-2-M, (c) D-3-A, (d) D-4-M-a, (e) D-4-M-b, (f) D-6-M

Berdasarkan pengamatan, tidak semua seri reaksi menghasilkan padatan. Secara total diperoleh 6 padatan dari 8 seri reaksi yang dibuat. Berdasarkan data pH yang diukur, seri reaksi yang membentuk padatan memiliki pH 7, sedangkan seri reaksi yang tidak membentuk padatan memiliki pH 6. Perbedaan pH larutan tersebut diperkirakan menjadi faktor yang menyebabkan tidak terbentuknya padatan karena kristalisasi dan interaksi logam dengan ligan juga dipengaruhi oleh keasaman atau kebasaan media reaksi [48].

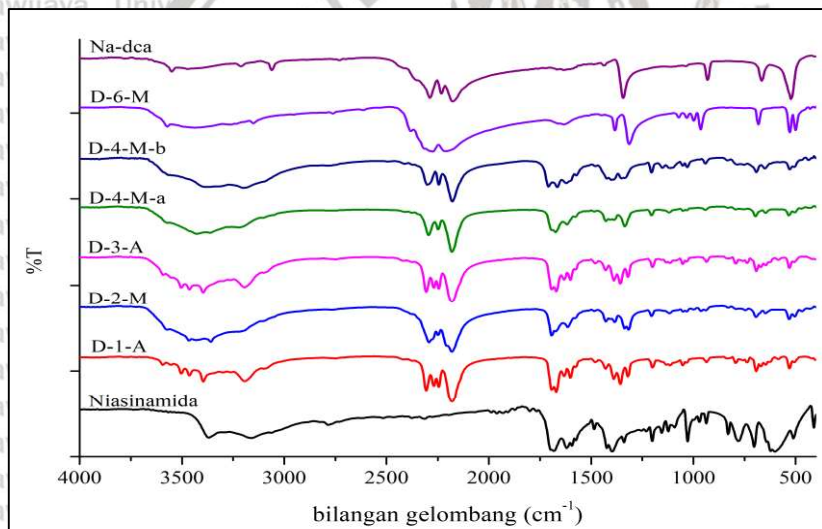
4.2 Karakterisasi Produk Padatan

Karakterisasi produk hanya dilakukan pada padatan yang dihasilkan oleh D-1-A hingga D-4-M dan D-6-M menggunakan FTIR, uji titik leleh, dan SEM-EDS (D-1-A dan D-4-M-b).

4.2.1 Hasil FTIR

Karakterisasi gugus fungsi yang ada pada produk dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*) untuk mengidentifikasi keberadaan gugus fungsi dari

ligan disianamida dan niasinamida yang digunakan. Spektra IR dari niasinamida, D-1-A, D-2-M, D-3-A, D-4-M-a, D-4-M-b, D-6-M, dan Na-dca (berturut-turut dari bawah ke atas) ditampilkan dalam **Gambar 4.7** dimana spektra niasinamida, D-6-M, dan Na-dca digunakan sebagai pembanding.



Gambar 4.7. Spektra IR niasinamida, D-1-A hingga D-6-M, dan Na-dca

Berdasarkan **Gambar 4.7**, pola spektra dari D-1-A hingga D-4-M memperlihatkan adanya puncak-puncak serapan dari gugus fungsi khas yang dimiliki oleh disianamida maupun niasinamida. Hal ini ditunjukkan oleh munculnya pita serapan di daerah $3100\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi regangan gugus amida (NH_2) dari ligan niasinamida. Selain itu, vibrasi gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$) dari niasinamida juga muncul pada pita serapan di daerah 1600 cm^{-1} . Pita serapan dari cincin piridil dari niasinamida juga dapat diamati pada daerah 1600 cm^{-1} dengan puncak yang medium. Sementara itu, gugus fungsi dari ligan disianamida muncul pada daerah $2100\text{--}2300\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi gugus nitril ($\text{C}\equiv\text{N}$) dari ligan disianamida. Secara rinci, interpretasi dari data FTIR dituliskan pada **Tabel 4.2** berikut:

Tabel 4.2: Interpretasi data FTIR

Na- dca	Co(II) : dca : nia							Interpretasi	Ref
	nia	D-1-A (1:2:2)	D-2-M (1:2:2)	D-3-A (1:2:4)	D-4-M-a (1:2:4)	D-4-M-b (1:2:4)	D-6-M (1:2:0)		
-	3369 3162	3396 3193	3466 3359	3396 3193	3427 3361	3369 3199	-	$\nu(\text{N-H})$	[42]
2286	-	2306	2292	2306	2295	2300	2380	$\nu_{\text{as}} + \nu_{\text{s}}(\text{C}\equiv\text{N})$	[25]
2228	-	2269	2248	2269	2248	2245	2273	$\nu_{\text{as}}(\text{C}\equiv\text{N})$	[25]
2175	-	2178	2205 2181	2181	2181	2178	2209	$\nu_{\text{s}}(\text{C}\equiv\text{N})$	[25]
-	1697 1683	1692 1670	1693	1693 1670	1674	1664	-	$\nu(\text{C=O})$	[42]
-	1593 1575	1632 1602	1614	1632 1602	1617 1577	1622	-	$\nu(\text{C=C})$	[15]
-	1398	1389	1385	1389	1388	1390	-	$\nu(\text{C=N})$	[47]
1343	-	1356	1336	1356	1335	1351	1314	$\nu_{\text{as}}(\text{C-N})$	[25]
930	-	936	963	936	940	941	964	$\nu_{\text{s}}(\text{C-N})$	[25]

Berdasarkan **Tabel 4.2**, bilangan gelombang yang muncul dari senyawa D-1-A, D-2-M, D-3-A, D-4-M-a, dan D-4-M-b tidak memiliki selisih yang signifikan. Bilangan gelombang yang menunjukkan vibrasi gugus fungsi yang khas dari ligan niasinamida dan ligan disianamida juga tidak berbeda signifikan dengan data literatur yang ada. Hal ini mengindikasikan bahwa D-1-A, D-2-M, D-3-A, D-4-M-a, dan D-4-M-b merupakan senyawa Co(II)-dca-nia. Konfirmasi senyawa dilakukan dengan analisa lebih lanjut yaitu uji titik leleh.

4.2.2 Hasil Uji Titik Leleh

Uji titik leleh dilakukan untuk mengidentifikasi secara kualitatif senyawa hasil sintesis merupakan senyawa yang sama atau berbeda. Uji titik leleh berdasarkan pengamatan fisik berupa suhu ketika padatan yang diuji mengalami perubahan fasa maupun warna selama pemanasan. Hasil uji titik leleh ditampilkan pada **Tabel 4.3**.

Tabel 4.3: Data hasil uji titik leleh

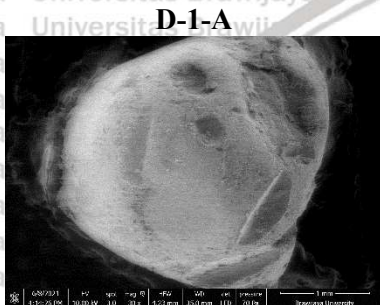
Kode	Rasio Co(II):dca:nia	Pengamatan	Titik leleh (°C)
Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	-	Leleh (larutan merah)	55
Niasinamida	-	Leleh (larutan bening)	130
Na-dca	-	Padatan putih	>300
D-1-A	1:2:2	Terdekomposisi*	216,3
D-2-M	1:2:2	Terdekomposisi*	217,5
D-3-A	1:2:4	Terdekomposisi*	215,2
D-4-M-a	1:2:4	Terdekomposisi*	215,6
D-4-M-b	1:2:4	Terdekomposisi*	186,9
D-5-A	1:2:0	Tidak dilakukan	Tidak dilakukan
D-6-M	1:2:0	Terdekomposisi*	289,3
D-7-A	1:0:4	Tidak dilakukan	Tidak dilakukan
D-8-M	1:0:4	Tidak dilakukan	Tidak dilakukan

**berubah warna menjadi hitam*

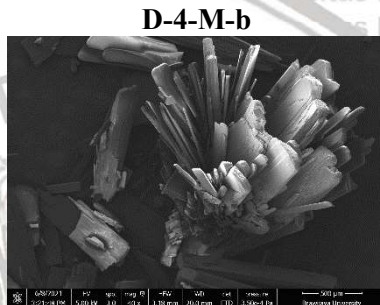
Berdasarkan data hasil uji titik leleh, diketahui bahwa padatan hasil sintesis tidak mengalami pelelehan tetapi langsung terdekomposisi yang ditandai dengan perubahan warna padatan dari merah muda menjadi hitam. Titik dekomposisi yang ditampilkan pada **Tabel 4.3** menunjukkan bahwa senyawa D-1-A, D-2-M, D-3-A, dan D-4-M-a tidak memiliki perbedaan titik dekomposisi yang signifikan sehingga diperkirakan merupakan senyawa yang identik, sedangkan pada kode D-4-M-b memiliki titik dekomposisi yang berbeda. Hal ini kemudian dijadikan pertimbangan dalam pemilihan sampel yang dianalisis lebih lanjut menggunakan SEM-EDS.

4.2.3 Hasil SEM-EDS

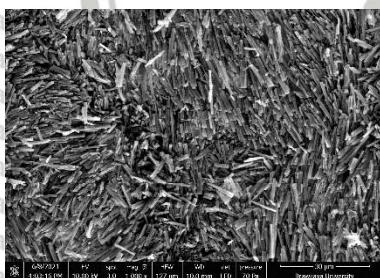
Analisis SEM-EDS dilakukan untuk mengetahui morfologi produk melalui SEM dan prediksi formula senyawa kompleks yang dihasilkan berdasarkan data EDS. Morfologi yang dihasilkan dari SEM ditunjukkan pada **Gambar 4.8** sedangkan tabel komposisi unsur yang terkandung dalam senyawa D-1-A dan D-4-M-b disajikan pada **Tabel 4.4**. **Gambar 4.8** menunjukkan morfologi dari senyawa hasil sintesis yang berbentuk mikrokristalin untuk kode D-1-A dan berbentuk kristal untuk kode D-4-M-b. Sedangkan **Gambar 4.9 dan 4.10** menunjukkan hasil analisa EDS.



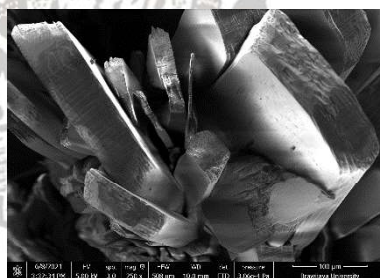
Overview



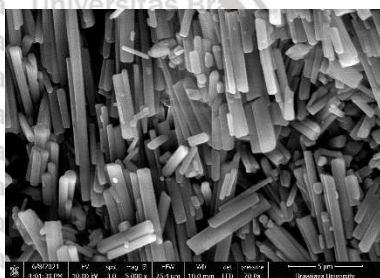
Overview



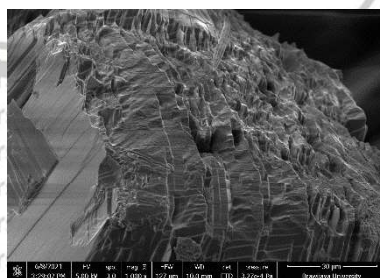
Perbesaran 1000x



Perbesaran 250x



Perbesaran 5000x

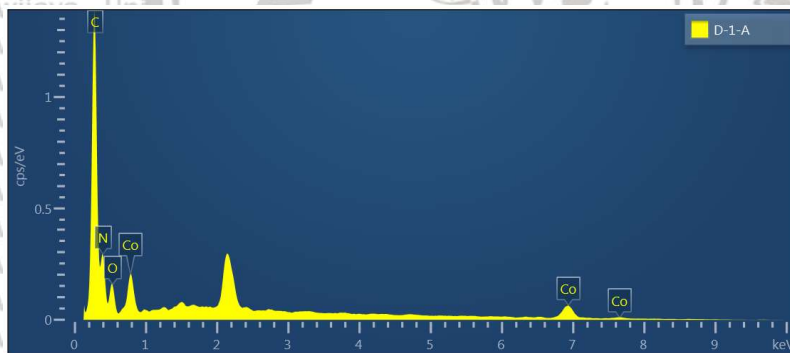


Perbesaran 1000x

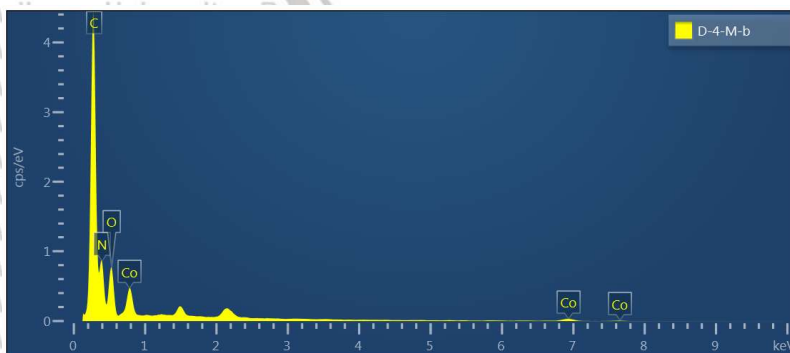
Gambar 4.8: Hasil pencitraan SEM dari sampel kode D-1-A (kiri) dan kode D-4-M-b (kanan) di berbagai perbesaran

Mengacu pada analisis sebelumnya (FTIR dan uji titik leleh) senyawa hasil reaksi dari kode D-1-A identik dengan kode D-2-M, D-3-A, dan D-4-M-a, sehingga morfologi dari senyawa ketiga tersebut diperkirakan juga berbentuk mikrokristalin. Dalam hal ini, perbedaan pelarut yang digunakan tidak mempengaruhi morfologi

dari hasil sintesis. Disisi lain, padatan yang dihasilkan dari proses penguapan lebih lanjut dari pelarut metanol (D-4-M-b) menunjukkan pembentukan kristal yang lebih besar. Hal ini disebabkan oleh konsentrasi dari larutan yang sudah berkurang karena proses pengendapan pertama, sehingga jumlah inti kristal yang terbentuk sedikit dan dapat tumbuh membesar membentuk kristal.



Gambar 4.9: Hasil analisa EDS dari sampel D-1-A



Gambar 4.10: Hasil analisa EDS dari sampel D-4-M-b

Tabel 4.4: Data hasil EDS dan prediksi rumus empiris

%W	D-1-A			D-4-M-b		
	$[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2]_n$			$\{[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2] \cdot 2\text{CH}_3\text{OH}\}_n$		
	Hasil EDS	Teoritis	selisih	Hasil EDS	Teoritis	selisih
%C	47,80	45,50	2,3	46,35	45,10	1,25
%N	28,66	33,10	4,44	28,03	29,23	1,20
%O	8,92	7,57	1,35	14,03	13,36	0,67
%Co	14,61	13,93	0,68	11,58	12,30	0,72

4.3 Analisis data

Analisis data dilakukan berdasarkan data pengamatan (secara kualitatif) maupun data pengukuran (secara kuantitatif). Berdasarkan data pengamatan (**Gambar 4.6** dan **Gambar 4.8**), penggunaan pelarut yang berbeda memberikan morfologi yang berbeda. Pada pelarut air, padatan yang terbentuk cenderung berbentuk seperti bola-bola kecil yang merupakan agregat mikrokristalin sedangkan padatan yang dihasilkan dari pelarut metanol cenderung berbentuk serbuk mikrokristalin dan kristal. Hal ini disebabkan oleh pengaruh perbedaan polaritas dari pelarut yang digunakan. Pelarut air memiliki indeks kepolaran 10,2 sedangkan pelarut metanol memiliki indeks kepolaran 5,1 [43]. Hal ini berarti bahwa padatan hasil sintesis bersifat lebih polar dan akan lebih mudah mengendap di pelarut non-polar seperti metanol atau dengan kata lain kelarutan kompleks tersebut rendah dalam metanol.

Polaritas pelarut berpengaruh terhadap interaksi di permukaan padatan. Pada pelarut air, karena memiliki polaritas yang lebih tinggi dibandingkan dengan metanol, maka kecenderungan kompleks untuk terlarut dalam pelarut air lebih besar sehingga pembentukan endapan jauh lebih lambat. Umumnya, pada kondisi tersebut morfologi padatan yang terbentuk akan cenderung seragam dan mampu membentuk kristal. Pada pelarut metanol berlaku sebaliknya, sehingga padatan yang terbentuk cenderung berupa serbuk. Selain pengaruh perbedaan kepolaran, titik didih juga diperkirakan menjadi faktor yang berpengaruh terhadap senyawa kompleks yang diperoleh. Titik didih pelarut air dan metanol berturut adalah 100 °C dan 64,6 °C [44]. Titik didih yang berbeda antara pelarut air dan metanol akan

mempengaruhi cepat/lambatnya penguapan dari pelarut tersebut. Mudah-mudahan suatu pelarut untuk menguap akan mempercepat kenaikan konsentrasi dari larutannya sehingga membantu proses pengendapan lebih lanjut. Oleh karena itu, pada pelarut metanol yang memiliki titik didih lebih rendah, proses pengendapan akan lebih cepat apabila dibandingkan dengan pelarut air.

Data massa padatan yang didapatkan (**Tabel 4.1**) menunjukkan bahwa padatan yang dihasilkan dari pelarut metanol cenderung lebih banyak dibandingkan dengan pelarut air, sedangkan pada pelarut yang sama semakin besar rasio mol niasinamida yang ditambahkan, reaksi cenderung menghasilkan padatan yang lebih banyak. Hal ini dikarenakan pada rasio mol yang tinggi akan meningkatkan interaksi reaktan untuk saling bertumbukan satu sama lain, sehingga semakin banyak tumbukan yang terjadi antar reaktan maka potensi terbentuknya produk akan semakin meningkat.

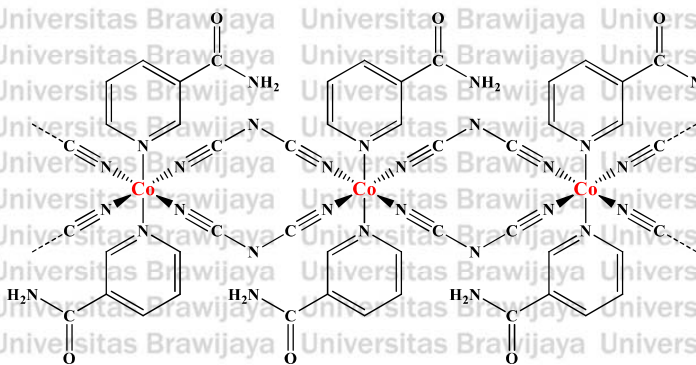
Analisis dengan FTIR menunjukkan bahwa secara keseluruhan senyawa yang disintesis memiliki puncak pita serapan dari gugus-gugus fungsi yang khas dari ligan disianamida yaitu gugus $C\equiv N$ pada daerah $2178\text{--}2380\text{ cm}^{-1}$ maupun ligan niasinamida yaitu gugus $O=C$ pada daerah $1622\text{--}1693\text{ cm}^{-1}$ dan gugus NH_2 pada daerah $3193\text{--}3466\text{ cm}^{-1}$ di semua produk. Pola pita serapan yang dihasilkan dari kode D-1-A, D-2-M, D-3-A, D-4-M-a, dan D-4-M-b juga tidak memiliki perbedaan intensitas maupun bilangan gelombang yang signifikan, sehingga padatan hasil reaksi dari semua kode tersebut merupakan senyawa kompleks $Co(II)\text{-dca-nia}$. Disisi lain, hasil analisis menggunakan uji titik leleh menunjukkan adanya perbedaan titik dekomposisi dari senyawa D-4-M-b yang mengindikasikan bahwa senyawa tersebut berbeda apabila dibandingkan dengan senyawa dari D-1-A hingga D-4-M-a (yang merupakan senyawa identik). Dari dua data karakterisasi tersebut kemudian dilakukan analisa tambahan menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui perbedaan komposisi dari senyawa D-1-A dan D-4-M-b.

Analisa dengan SEM-EDS menunjukkan bahwa senyawa D-1-A berbeda dengan D-4-M-b. Rumus empiris yang diprediksi berdasarkan data EDS yaitu $[Co(dca)_2(nia)_2]_n$ untuk D-1-A dan $\{[Co(dca)_2(nia)_2] \cdot 2CH_3OH\}_n$ untuk D-4-M-b. Pada senyawa D-1-A struktur yang diprediksikan memiliki kemiripan dengan struktur senyawa kompleks yang dilaporkan oleh Mautner et al., 2019 pada **Gambar 2.3** [8], dimana ligan disianamida akan bertindak sebagai

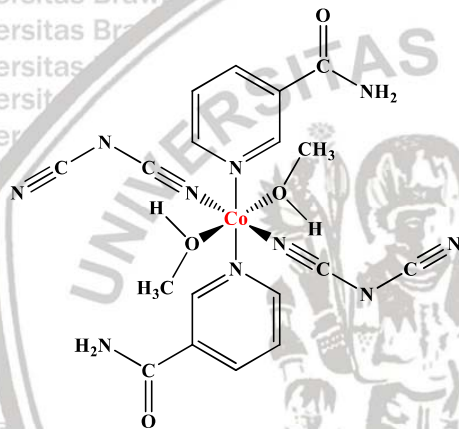
jembatan ganda (*double bridge*) sehingga membentuk struktur polimer. Prediksi struktur dari senyawa D-1-A akan sama dengan kode D-2-M, D-3-A, dan D-4-M-a karena merupakan senyawa yang identik sebagaimana ditunjukkan pada **Gambar 4.11**.

Pada senyawa D-4-M-b molekul metanol diperkirakan dapat bertindak sebagai ligan atau molekul bebas. Prediksi pertama, metanol bertindak sebagai ligan. Hal ini dimungkinkan karena berdasarkan prosedur penelitian padatan hasil sintesis sudah melalui tahap pengeringan untuk menghilangkan pelarutnya, sehingga apabila metanol bertindak sebagai molekul bebas pengeringan tersebut sudah cukup untuk membuat metanol terlepas dari kisi kristalnya. Dengan demikian prediksi rumus empiris berdasarkan prediksi pertama dari senyawa D-4-M-b yaitu $[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2 \cdot (\text{CH}_3\text{OH})_2]$ dengan struktur sebagaimana **Gambar 4.12**.

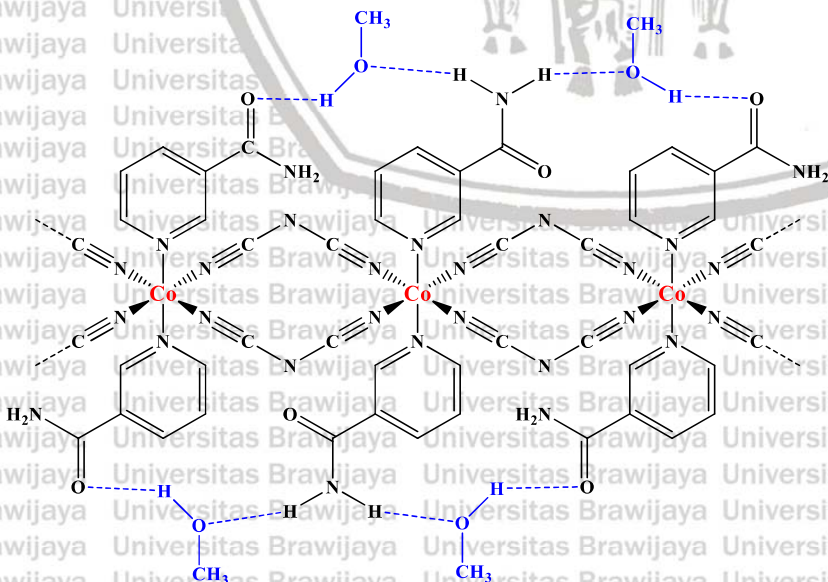
Prediksi kedua, metanol bertindak sebagai molekul bebas. Sebagaimana yang dilaporkan oleh Zheng dan Zhuang, 2010 [13], meskipun telah dilakukan pengeringan, metanol sebagai molekul bebas masih dapat terikat dalam sampel karena mampu membentuk ikatan hidrogen dengan ligan niasinamida (**Gambar 4.13**). Metanol sebagai molekul bebas akan terlepas apabila sampel dikeringkan pada suhu tinggi misalnya 50 °C. Dengan demikian prediksi rumus empiris yang diperoleh berdasarkan prediksi kedua yaitu $[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2] \cdot 2\text{CH}_3\text{OH}$.



Gambar 4.11: Prediksi dari struktur kompleks $[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2]_n$ hasil sintesis dengan kode D-1-A, D-2-M, D-3-A, dan D-4-M-a.



Gambar 4.12: Prediksi pertama dari struktur kompleks $[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2(\text{CH}_3\text{OH})_2]$ hasil sintesis dengan kode D-4-M-b.



Gambar 4.13: Prediksi kedua dari struktur kompleks $\{[\text{Co}(\text{dca})_2(\text{nia})_2] \cdot 2(\text{CH}_3\text{OH})\}_n$ hasil sintesis dengan kode D-4-M-b.

Berdasarkan prediksi struktur yang dibuat, baik pada senyawa D-1-A maupun D-4-M-b, ion logam Co^{2+} membentuk geometri oktahedral. Struktur yang membentuk polimer dijumpai oleh ligan disianamida dengan model *double bridge* (**Gambar 4.11** dan **Gambar 4.13**) dan molekul metanol juga dapat menjembatani antara dua ligan niasinamida yang bersebelahan. Pada **Gambar 4.12** menunjukkan prediksi struktur yang tidak membentuk polimer. Prediksi reaksi yang terjadi selama sintesis yaitu:

1. Pelarutan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan pelarut air atau metanol
 - $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}_{(s)} \rightarrow [\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}_{(aq)} + 2\text{NO}_3^{-}_{(aq)}$
 - $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}_{(s)} + 6\text{CH}_3\text{OH}_{(aq)} \rightarrow [\text{Co}(\text{CH}_3\text{OH})_6]^{2+}_{(aq)} + 2\text{NO}_3^{-}_{(aq)} + 6\text{H}_2\text{O}_{(aq)}$
2. Penambahan ligan niasinamida ($\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}$) dengan air atau metanol
 - $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}_{(aq)} + x\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_{(aq)} \rightarrow [\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_x(\text{H}_2\text{O})_{6-x}]^{2+}_{(aq)} + x\text{H}_2\text{O}_{(aq)}$
 - $[\text{Co}(\text{CH}_3\text{OH})_6]^{2+}_{(aq)} + x\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_{(aq)} \rightarrow [\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_x(\text{CH}_3\text{OH})_{6-x}]^{2+}_{(aq)} + x\text{CH}_3\text{OH}_{(aq)}$
3. Penambahan ligan dca ($\text{N}(\text{CN})_2^{-}$) dengan air atau metanol
 - $[\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_x(\text{H}_2\text{O})_{6-x}]^{2+}_{(aq)} + y\text{N}(\text{CN})_2^{-}_{(aq)} \rightarrow [\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_x(\text{N}(\text{CN})_2)_y]_{(s)} + n\text{H}_2\text{O}_{(aq)}$
 - $[\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_x(\text{CH}_3\text{OH})_{6-x}]^{2+}_{(aq)} + y\text{N}(\text{CN})_2^{-}_{(aq)} \rightarrow [\text{Co}(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})_x(\text{N}(\text{CN})_2)_y]_{(s)} + n\text{CH}_3\text{OH}_{(aq)}$

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah:

1. Sintesis senyawa kompleks Co(II)-dca-nia berhasil dilakukan dengan metode larutan pada suhu ruang.
2. a) Analisa FTIR menunjukkan senyawa hasil sintesis mengandung ligan disianamida dan niasinamida. Spektra IR dari senyawa D-1-A, D-2-M, D-3-A, D-4-M-a, dan D-4-M-b memiliki pola pita serapan yang tidak jauh berbeda sehingga disimpulkan merupakan senyawa yang identik.
b) Uji titik leleh menunjukkan bahwa senyawa D-1-A, D-2-M, D-3-A, D-4-M-a identik karena memiliki titik dekomposisi yang tidak jauh berbeda, sedangkan pada D-4-M-b dan D-6-M merupakan senyawa berbeda.
c) Hasil SEM-EDS menunjukkan bahwa morfologi padatan yang dihasilkan berbentuk mikrokristalin dimana pada senyawa D-1-A, D-2-M, D-3-A, dan D-4-M-a memiliki struktur dan rumus empiris yang berbeda dengan D-4-M-b.
3. Penggunaan variasi pelarut berpengaruh terhadap bentuk dan massa dari senyawa kompleks yang diperoleh. Pada pelarut air padatan yang diperoleh berbentuk mikrokristalin, sedangkan pada pelarut metanol padatan berbentuk mikrokristalin dan kristal. Massa yang diperoleh dari pelarut metanol lebih banyak dibandingkan dengan dari pelarut air.
4. Penggunaan variasi rasio mol berpengaruh terhadap massa padatan yang diperoleh dimana semakin besar rasio mol niasinamida yang digunakan, massa padatan yang diperoleh semakin banyak.

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya perlu dilakukan: (1) analisis lebih lanjut menggunakan *single crystal*-XRD sehingga dapat diketahui dengan pasti struktur dari senyawa kompleks yang dihasilkan dan (2) uji sifat kemagnetan dari senyawa yang diperoleh.



DAFTAR PUSTAKA

1. Hossain, M. M., Bashar, M. A., Khan, M. N., Roy, P. K., Ali, M. S., & Farooque, M. A. (2018). Preparation, Physical Characterization and Antibacterial Activity of Ni(II), Cu(II), Co(II), Cd(II), Zn(II) and Cr(III) Schiff Base Complex Compounds. *Science Journal of Chemistry*, 6(2), 17–23.
2. Tong, M.-L., & Chen, X.-M. (2017). Chapter 8-Synthesis of Coordination Compounds and Coordination Polymers. In X. Ruren & X. Yan (Eds.), *Modern Inorganic Synthetic Chemistry* (2nd ed., pp. 189–217). Elsevier.
3. Zhou, P., Jiang, L., Wang, F., Deng, K., Lv, K., & Zhang, Z. (2017). High Performance of A Cobalt–Nitrogen Complex for the Reduction and Reductive Coupling of Nitro Compounds into Amines and their Derivatives. *Science Advances*, 3(2), 1–10.
4. Saber, M. R., Przyojski, J. A., Tonzetich, Z. J., & Dunbar, K. R. (2020). Slow Magnetic Relaxation in Cobalt N-Heterocyclic Carbene Complexes. *Dalton Transactions*, 49(33), 11577–11582.
5. Rasheed, T., Bilal, M., Hassan, A. A., Nabeel, F., Bharagava, R. N., Romanholo Ferreira, L. F., ... Iqbal, Hafiz. M. N. (2020). Environmental Threatening Concern and Efficient Removal of Pharmaceutically Active Compounds using Metal-Organic Frameworks as Adsorbents. *Environmental Research*, 185(2020), 1–22.
6. Tabrizi, L., Chiniforoshan, H., & McArdle, P. (2015). A novel One-Dimensional Manganese(II) Coordination Polymer Containing Both Dicyanamide and Pyrazinamide Ligands: Synthesis, Spectroscopic Investigations, X-ray Studies and Evaluation of Biological Activities. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 139(2015), 307–312.
7. McKenzie, L. K., Bryant, H. E., & Weinstein, J. A. (2019). Transition Metal Complexes as Photosensitisers in One- and Two-photon Photodynamic Therapy. *Coordination Chemistry Reviews*, 379(2019), 2–29.
8. Mautner, F. A., Jantscher, P., Fischer, R. C., Torvisco, A., Vicente, R., Karsili, T. N. V., & Massoud, S. S. (2019).



Structure, DFT Calculations, and Magnetic Characterization of Coordination Polymers of Bridged Dicyanamido-Metal(II) Complexes. *Magnetochemistry*, 5(3), 1–19.

9. Batten, S. R., Robson, R., Batten, S. R., Jensen, P., Moubaraki, B., & Murray, K. S. (1998). Structure and Molecular Magnetism of the Rutile-related Compounds $M(dca)_2$, $M = Co(II), Ni(II), Cu(II)$, $dca = dicyanamide, N(CN)_2^-$. *Chemical Communications*, 7(3), 439–440.

10. Price, D. J. (2007). Synthesis, Structure, and Magnetism in Clusters and Networks Containing Dicyanamide and Related Ligands. *PhD Thesis*. Monash University, Australia.

11. Batten, S. R., & Murray, K. S. (2003). Structure and Magnetism of Coordination Polymers Containing Dicyanamide and Tricyanomethanide. *Coordination Chemistry Reviews*, 246(1–2), 103–130.

12. Luo, J., Zhou, X.-G., Gao, S., Weng, L.-H., Shao, Z.-H., Zhang, C.-M., ... Cai, R.-F. (2004). Syntheses, Structures and Magnetic Properties of Two Novel 3D Helical Dicyanamide Complexes Containing Polyamine Ligand. *Inorganic Chemistry Communications*, 7(5), 669–672.

13. Zheng, L.-L., & Zhuang, X.-M. (2010). Syntheses, Crystal Structures and Magnetism of Three Metal Dicyanamide Coordination Polymers with Isonicotinamide Co-Ligand. *Journal of Inorganic and General Chemistry*, 636(13–14), 2500–2507.

14. Mautner, F. A., Jantscher, P., Fischer, R. C., Torvisco, A., Vicente, R., Karsili, T. N. V., & Massoud, S. S. (2019). Synthesis and Characterization of 1D Coordination Polymers of Metal(II)-Dicyanamido Complexes. *Polyhedron*, 166(2019), 36–43.

15. Xue, J., Hua, X., Yang, L., Li, W., Xu, Y., Zhao, G., ... Wu, J. (2014). Cobalt(II) and Strontium(II) Complexes of Three Isomers, Nicotinamide, Isonicotinamide and Picolinamide. *Journal of Molecular Structure*, 1059(1), 108–117.

16. Świtlicka-Olszewska, A., Palion-Gazda, J., Klemens, T., Machura, B., Vallejo, J., Cano, J., ... Julve, M. (2016). Single-Ion Magnet Behaviour in Mononuclear and Two-Dimensional Dicyanamide-Containing Cobalt(II) Complexes. *Dalton Transactions*, 45(25), 10181–10193.



17. Palion-Gazda, J., Choroba, K., Machura, B., Świtlicka, A., Kruszynski, R., Cano, J., ... Julve, M. (2019). Influence of the Pyrazine Substituent on the Structure and Magnetic Properties of Dicyanamide-bridged Cobalt(II) Complexes. *Dalton Transactions*, 48(46), 17266–17280.
18. Zheng, L.-L. (2013). Synthesis, Crystal Structures, and Magnetic Properties of Ternary M(II)-Dicyanamide-hydroxypyridine Complexes. *Journal of Inorganic Chemistry*, 2013(1), 1–10.
19. Ogawa, H., Mori, K., Murashima, K., Karasawa, S., & Koga, N. (2016). One-, Two-, and Three-Dimensional Heterospin Complexes Consisting of 4-(N-tert-Butyloxylamino)pyridine (4NOpy), Dicyanamide Ion (DCA), and 3D Metal Ions: Crystal Structures and Magnetic Properties of $[M(II)(4NOpy)_x(DCA)_y(CH_3CN)_z]_n$ (M = Mn, Co, Ni, Cu, Zn). *Inorganic Chemistry*, 55(2), 717–728.
20. Sun, H.-L., Wang, Z.-M., & Gao, S. (2005). Synthesis, Crystal Structures, and Magnetism of Cobalt Coordination Polymers Based on Dicyanamide and Pyrazine-dioxide Derivatives. *Inorganic Chemistry*, 44(7), 2169–2176.
21. Yuoh, A. C. B., Agwara, M. O., Yufanyi, D. M., Conde, M. A., Jagan, R., & Oben Eyong, K. (2015). Synthesis, Crystal Structure, and Antimicrobial Properties of a Novel 1-D Cobalt Coordination Polymer with Dicyanamide and 2-Aminopyridine. *International Journal of Inorganic Chemistry*, 2015(3), 1–8.
22. Świtlicka, A., Machura, B., Penkala, M., Bieńko, A., Bieńko, D. C., Titiš, J., ... Ozarowski, A. (2020). Slow Magnetic Relaxation in Hexacoordinated Cobalt(II) Field-Induced Single-Ion Magnets. *Inorganic Chemistry Frontiers*, 7(14), 2637–2650.
23. Prananto, Y. P., Tjahjanto, R. T., Wibisono, R. D., & Salsabila, F. L. (2020). Sintesis Kompleks M(II)-Tartrat-Niasinamida (MTN) dengan Teknik Bench-Top. *Laporan Penelitian DPP SPP FMIPA*, Universitas Brawijaya, Malang.
24. Khunur, M. M., & Prananto, Y. P. (2018). Synthesis and Structure of 2D Cobalt(II)-tartrate Hydrate Coordination Polymers Crystallised from Aqueous Solution. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 13(2), 213–219.



25. Yusof, M. K. H. M., & Ahmad, A. H. (2017). EIS and FTIR Characterisation of NaI-Na₄(CN)₂ Solid Electrolyte Prepared by Mechanical Milling. *Solid State Phenomena*, 268, 333–337.
26. Wurzenberger, M. H. H., Lechner, J. T., & Stierstorfer, J. (2020). Copper(II) Dicyanamide Complexes with N-Substituted Tetrazole Ligands – Energetic Coordination Polymers with Moderate Sensitivities. *ChemPlusChem*, 85(4), 769–775.
27. Escobar, L. B. L., Corrêa, C. C., Guedes, G. P., Vaz, M. G. F., Greer, S. M., Hill, S., ... Machado, F. C. (2016). Two Coordination Polymers Containing the Dicyanamide Ligand: Synthesis, Crystal Structures, and HFEPD Studies. *Inorganica Chimica Acta*, 451, 59–64.
28. Pei, H., Lu, S., Li, J., Sun, Y., Wu, X., & Du, W. (2006). Synthesis and Structure of A New One-Dimensional Cobalt Complex with Dicyanamide and 4-Picolyl Chloride Bridges. *Crystal Research and Technology*, 41(4), 423–426.
29. Armentano, D., De Munno, G., Guerra, F., Julve, M., & Lloret, F. (2006). Ligand Effects on the Structures of Extended Networks of Dicyanamide-Containing Transition-Metal Ions. *Inorganic Chemistry*, 45(12), 4626–4636.
30. Pourret, O., & Faucon, M.-P. (2018). *Cobalt* (Vol. 02136484). France: Encyclopedia of Geochemistry.
31. Hanif, Q. A., & Nugraha, R. E. (2018). Kajian Metal–Organic Frameworks (MOFs) sebagai Material Baru Pengantar Obat. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 14(1), 16–36.
32. Pettinari, C., Marchetti, F., Mosca, N., Tosi, G., & Drozdov, A. (2017). Application of Metal-organic Frameworks. *Polymer International*, 66(6), 731–744.
33. Sakamaki, Y., Tsuji, M., Heidrick, Z., Watson, O., Durchman, J., Salmon, C., ... Beyzavi, M. H. (2019). Preparation and Applications of Metal–Organic Frameworks (MOFs): A Laboratory Activity and Demonstration for High School and/or Undergraduate Students. *Journal of Chemical Education*, 97(4), 1109–1116.
34. Demir, S., Yilmaz, V. T., Yilmaz, F., & Buyukgungor, O. (2009). One-Dimensional Cobalt(II) and Zinc(II) Succinato Coordination Polymers with Nicotinamide: Synthesis, Structural, Spectroscopic, Fluorescent and Thermal Properties.

Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials, 19(3), 342–347.

35. AIST:Spectral Database for Organic Compounds, SDBS. (n.d.). https://sdb.db.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi, diakses 17 February 2021.
36. Wriedt, M., & Näther, C. (2011). Directed Synthesis of μ -1,3,5 Bridged Dicyanamides by Thermal Decomposition of μ -1,5 Bridged Precursor Compounds. *Dalton Transactions*, 40(4), 886–898.
37. Khan, S. A., Kanwal, S., Iqbal, A., & Ahmad, W. (2017). Cu and Mn Complexes of Nicotinic Acid and Imidazole: a Current Review. *International Journal of Advanced Research*, 5(4), 1350–1368.
38. Blum, R. (2015). *Vitamins, 11. Niacin (Nicotinic Acid, Nicotinamide)*. Weinheim: Wiley-VCH.: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry (6th ed.).
39. Gamov, G. A., Zavalishin, M. N., Dushina, S. V., & Sharnin, V. A. (2017). Synthesis and Thermal Analysis of a Ni(II) Complex of Nicotinamide. *Russian Journal of General Chemistry*, 87(3), 613–618.
40. Rahardjo, B., Wijanarko, D. M., Astuti, R., & Martina, A. A. (2018). Synthesis and Characterization of Diaquadinicotinamide Cobalt(II) Chloride (p. 020010). Proceedings of the 17th International Conference on Ion Sources, Geneva, Switzerland.
41. Aşkin, G., Necefoğlu, H., Tonbul, A., Dilek, N., & Hökelek, T. (2015). Crystal Structure of Poly[bis-(μ -Nicotinamide- κ (2) N (1):O)bis-(μ -4-Nitro-Benzoato- κ (2)O(1):O(1'))Zinc]. *Acta Crystallographica Section E: Crystallographic Communications*, 71(5), 479–482.
42. Ramalingam, S., Periandy, S., Govindarajan, M., & Mohan, S. (2010). FT-IR and FT-Raman Vibrational Spectra and Molecular Structure Investigation of Nicotinamide: A Combined Experimental and Theoretical Study. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 75(5), 1552–1558.
43. Kleiman, M., Ryu, K. A., & Esser-Kahn, A. P. (2016). Determination of Factors Influencing the Wet Etching of



Polydimethylsiloxane Using Tetra-n-butylammonium Fluoride. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 217(2), 284–291.

44. Myers, B. J. (2005). Common Solvents Used in Organic Chemistry: Table of Properties. <https://organicchemistrydata.org/solvents/>, diakses 1 Juni 2021.
45. Yu, Y., & Lei, S. (2018). Surface Confined Synthesis of Covalent Organic Frameworks by Schiff-Base Coupling. In K. Wandelt (Ed.), *Encyclopedia of Interfacial Chemistry* (pp. 414–423). Oxford: Elsevier.
46. Müller, P. (2009). Practical Suggestions for Better Crystal Structures. *Crystallography Reviews*, 15(1), 57–83.
47. Bayari, S., Ataç, A., & Yurdakul, Ş. (2003). Coordination Behaviour of Nicotinamide: an Infrared Spectroscopic Study. *Journal of Molecular Structure*, 655(1), 163–170.
48. Seetharaj, R., Vandana, P. V., Arya, P., & Mathew, S. (2019). Dependence of Solvents, pH, Molar Ratio and Temperature in Tuning Metal Organic Framework Architecture. *Arabian Journal of Chemistry*, 12(3), 295–315.

LAMPIRAN

Lampiran A. Diagram alir sintesis Co(II)-dca-nia
Diagram alir sintesis D-1-A dan D-2-M (rasio mol 1:2:2)

Larutan ion kobalt(II) (0,5 mmol) dalam 5 mL air

- ditambahkan dengan larutan niasinamida (1 mmol) dalam 5 mL air
- campuran diaduk hingga homogen
- ditambahkan larutan Na-dca (1 mmol) dalam 5 mL air
- diaduk menggunakan magnetik stirrer selama 5 menit
- campuran ditutup dan dibiarkan menguap pada suhu ruang selama 2-4 minggu

Produk

Untuk sintesis kode D-2-M prosedur yang dilakukan sama seperti sintesis kode D-1-A tetapi mengganti pelarut yang digunakan yaitu metanol

Diagram alir sintesis D-3-A dan D-4-M (rasio mol 1:2:4)

Larutan ion kobalt(II) (0,5 mmol) dalam 5 mL air

- ditambahkan dengan larutan niasinamida (2 mmol) dalam 5 mL air
- campuran diaduk hingga homogen
- ditambahkan larutan Na-dca (1 mmol) dalam 5 mL air
- diaduk menggunakan magnetik stirrer selama 5 menit
- Campuran ditutup dan dibiarkan menguap pada suhu ruang selama 2-4 minggu

Produk

Untuk sintesis kode D-4-M prosedur yang dilakukan sama seperti sintesis kode D-3-A tetapi mengganti pelarut yang digunakan yaitu metanol.

Diagram alir sintesis D-5-A dan D-6-M (rasio mol 1:2:0)

Larutan ion kobalt(II) (0,25 mmol) dalam 5 mL air

- ditambahkan larutan Na-dca (0,5 mmol) dalam 5 mL air
- campuran diaduk hingga homogen
- campuran ditutup dan dibiarkan menguap pada suhu ruang selama 2-4 minggu

Produk

Untuk sintesis kode D-6-M prosedur yang dilakukan sama seperti sintesis kode D-5-A tetapi mengganti pelarut yang digunakan yaitu metanol.

Diagram alir sintesis D-7-A dan D-8-M (rasio mol 1:0:4)

Larutan ion kobalt(II) (0,5 mmol) dalam 5 mL air

- ditambahkan larutan niasinamida (2 mmol) dalam 5 mL air
- campuran diaduk hingga homogen
- campuran ditutup dan dibiarkan menguap pada suhu ruang selama 2-4 minggu

Produk

Untuk sintesis kode D-8-M prosedur yang dilakukan sama seperti sintesis kode D-7-A tetapi mengganti pelarut yang digunakan yaitu metanol

Lampiran B. Perhitungan massa reaktan

Penentuan massa padatan kobalt(II) nitrat heksahidrat

$$\text{Mr Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 291,03 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \text{Mol} \times \text{Mr Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

a. Jumlah mol = 0,5 mmol

$$\begin{aligned}\text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{jumlah mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,5 \text{ mmol} \times 291,03 \text{ g/mol} \\ &= 145 \text{ mg}\end{aligned}$$

b. Jumlah mol = 0,25 mmol

$$\begin{aligned}\text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{jumlah mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,25 \text{ mmol} \times 291,03 \text{ g/mol} \\ &= 72,8 \text{ mg}\end{aligned}$$

Penentuan massa padatan ligan niasinamida

$$\text{Mr Niasinamida} = 122,12 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa Niasinamida} = \text{Mol} \times \text{Mr Niasinamida}$$

a. Jumlah mol = 1 mmol

$$\begin{aligned}\text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{jumlah mol} \times \text{Mr} \\ &= 1 \text{ mmol} \times 122,12 \text{ g/mol} \\ &= 122 \text{ mg}\end{aligned}$$

b. Jumlah mol = 2 mmol

$$\begin{aligned}\text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{jumlah mol} \times \text{Mr} \\ &= 2 \text{ mmol} \times 122,12 \text{ g/mol} \\ &= 244 \text{ mg}\end{aligned}$$

Penentuan massa padatan ligan Na-dca

$$\text{Mr Na-dca} = 89 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa Na-dca} = \text{Mol} \times \text{Mr Na-dca}$$

a. Jumlah mol = 1 mmol

$$\begin{aligned}\text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{jumlah mol} \times \text{Mr} \\ &= 1 \text{ mmol} \times 89 \text{ g/mol} \\ &= 89 \text{ mg}\end{aligned}$$

b. Jumlah mol = 0,5 mmol

$$\begin{aligned}\text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{jumlah mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,5 \text{ mmol} \times 89 \text{ g/mol} \\ &= 44,5 \text{ mg}\end{aligned}$$

Tabel B.1: Massa yang dibutuhkan pada masing-masing rasio

Kode	Rasio (Co:dca:nia)	Massa (mg) Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	Massa (mg) Na-dca	Massa (mg) Niasinamida
D-1-A	1:2:2	145	89	122
D-2-M	1:2:2	145	89	122
D-3-A	1:2:4	145	89	244
D-4-M	1:2:4	145	89	244
D-5-A	1:2:0	72,8	44,5	0
D-6-M	1:2:0	72,8	44,5	0
D-7-A	1:0:4	145	0	244
D-8-M	1:0:4	145	0	244

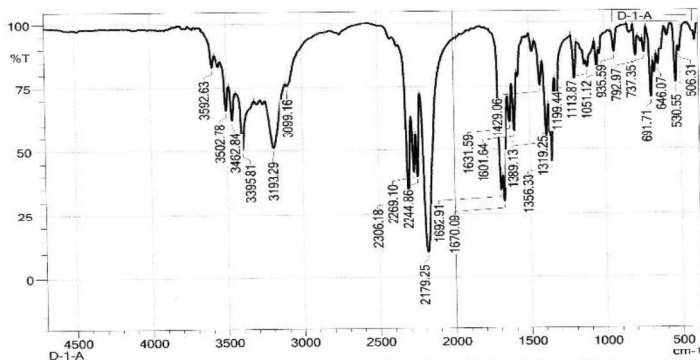
Lampiran C. Hasil uji FTIR D-1-A

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:23:50

Item	Value
Acquired Date&Time	20/04/2021 11:06:38
Filename	G:\TA\Nurdianah\D-1-A1.jppt
Sample name	D-1-A
Sample ID	D-1-A
Comment	D-1-A
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1 506.31	58.37	3.30	514.60	457.81	282.399	-11.657	
2 530.55	76.33	17.23	557.65	514.86	476.379	251.366	
3 646.07	83.35	4.81	657.48	634.66	327.553	57.308	
4 691.71	70.56	17.52	723.09	680.30	634.610	257.041	
5 737.35	65.04	7.33	748.76	723.09	219.171	106.642	
6 792.97	86.71	9.74	805.66	778.71	252.391	149.102	
7 935.59	88.27	8.49	954.14	850.02	382.824	139.256	
8 1051.12	82.17	8.30	1065.38	1036.71	340.719	106.979	
9 1113.87	82.27	3.65	1123.85	1095.38	762.449	89.164	
10 1199.44	77.95	15.28	1220.84	1183.76	518.298	274.671	
11 1319.25	60.30	19.85	1333.51	1220.84	1539.679	8.191	
12 1356.33	45.48	26.65	1373.44	1333.51	1060.901	476.741	
13 1389.13	55.17	19.16	1413.38	1373.44	1288.515	345.641	
14 1429.08	75.37	11.79	1463.29	1413.38	781.159	215.397	
16 1601.64	57.69	20.28	1617.52	1583.06	1074.738	323.995	
18 1631.59	60.91	12.41	1645.85	1617.32	940.718	195.676	
17 1670.09	29.78	20.00	1681.50	1645.85	1882.308	290.238	

1/2

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:23:50

18 1892.91	34.00	14.43	1757.09	1681.50	1891.741	-508.770	
19 2179.25	10.00	66.47	2226.32	1978.16	7951.893	3615.992	
20 2244.86	39.54	23.19	2257.69	2226.32	1448.357	325.022	
21 2269.10	41.54	17.30	2286.22	2257.69	1395.131	242.793	
22 2306.18	32.24	38.18	2383.23	2286.22	2468.641	716.362	
23 3099.16	75.60	1.69	3110.57	2845.29	2653.724	-923.369	
24 3193.29	51.01	21.25	3246.06	3110.57	5023.458	1368.503	
25 3395.81	50.37	21.29	3437.17	3317.37	4190.993	736.278	
26 3462.84	62.24	12.08	3484.24	3437.17	1440.861	226.094	
27 3502.78	66.06	12.74	3539.86	3484.24	1313.486	222.614	
28 3592.63	83.08	6.43	3653.95	3576.94	674.188	84.107	

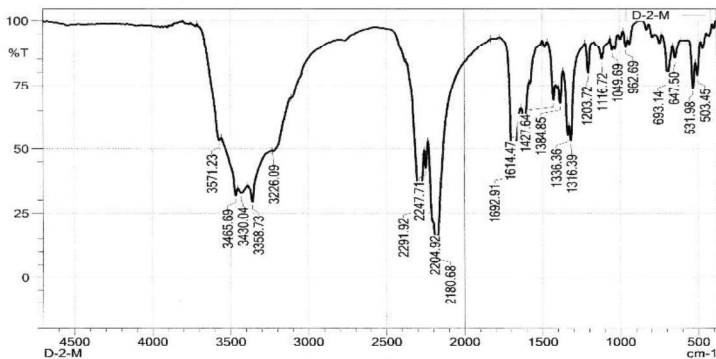
Lampiran D. Hasil uji FTIR D-2-M

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:22:11

Item	Value
Acquired Date&Time	20/04/2021 11:13:14
Filename	G:\TANuridiana\HD-2-M1.ispd
Sample name	D-2-M
Sample ID	D-2-M
Comment	D-2-M
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	503.45	78.85	8.00	516.29	483.49	523.021	121.322	
2	531.98	73.90	12.44	567.63	516.29	783.599	170.891	
3	647.50	85.58	5.40	661.78	607.57	576.064	114.263	
4	693.14	78.04	14.79	710.22	651.78	612.705	389.853	
5	982.69	80.78	4.27	970.81	949.86	231.484	60.517	
6	1049.69	88.63	2.85	1062.53	1039.71	224.031	33.747	
7	1116.72	86.25	7.13	1166.64	1062.53	1060.370	270.207	
8	1203.72	79.95	11.53	1225.89	1166.64	688.460	205.915	
9	1316.39	53.25	9.85	1327.80	1223.09	2123.025	440.641	
10	1336.36	55.44	8.49	1367.74	1327.80	1270.602	72.031	
11	1384.85	68.01	9.15	1397.69	1367.74	809.586	138.139	
12	1427.64	69.17	10.26	1466.15	1414.80	977.742	134.344	
13	1614.47	58.24	12.19	1637.29	1584.52	1812.751	288.615	
14	1692.91	41.76	14.98	1772.78	1680.08	2071.625	-504.335	
15	2180.68	10.00	15.77	2202.07	1829.83	10469.283	-5421.332	
16	2204.92	21.57	2.82	2234.87	2202.07	2121.909	65.609	
17	2247.71	42.58	8.54	2259.12	2234.87	1289.282	106.700	

1/2

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:22:11

18	2291.92	28.40	31.08	2371.79	2259.12	5118.927	1361.707	
19	3226.09	49.15	0.77	3230.37	3110.57	4981.926	140.778	
20	3358.73	29.38	9.01	3388.68	3236.07	8881.912	100.762	
21	3430.04	32.80	2.22	3451.43	3388.68	4146.238	79.342	
22	3465.89	31.82	5.44	3558.40	3451.43	5991.236	50.222	
23	3571.23	53.24	4.76	3711.00	3558.40	3269.446	-327.136	

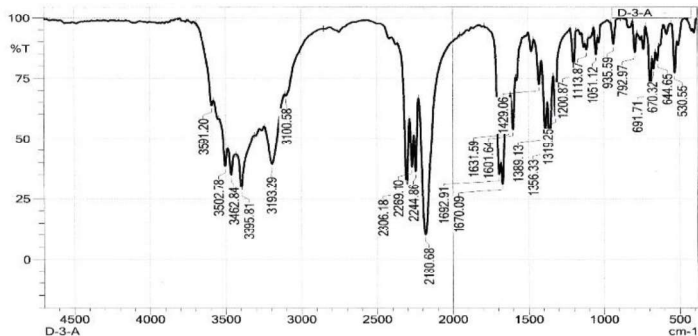
Lampiran E. Hasil uji FTIR D-3-A

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:20:25

Item	Value
Acquired Date&Time	20/04/2021 11:16:45
Filename	G:\TA\Nurdiana\H-D-3-A1.lspd
Sample name	D-3-A
Sample ID	D-3-A
Comment	D-3-A
No. of Scans	10
Resolution	4 (cm-1)
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	530.55	77.28	15.77	556.22	514.86	483.650	232.504
2	644.65	82.25	4.93	657.48	634.66	351.900	56.001
3	670.32	78.95	5.35	680.30	657.48	420.732	66.272
4	691.71	70.93	15.70	723.09	680.30	677.046	237.273
5	792.97	85.72	10.14	808.66	778.71	276.542	156.183
6	935.59	89.08	9.51	954.14	887.10	236.829	170.995
7	1051.12	84.96	8.70	1065.38	1039.71	272.233	115.647
8	1113.87	96.84	3.58	1123.85	1099.61	270.984	44.242
9	1200.87	78.81	16.26	1220.84	1183.76	475.712	294.451
10	1319.25	59.47	18.86	1333.51	1220.84	1604.377	3.077
11	1356.33	48.50	23.16	1373.44	1333.51	1592.743	412.013
12	1389.13	52.40	19.39	1413.38	1373.44	1407.799	354.787
13	1420.06	72.60	12.40	1463.29	1413.38	891.416	224.286
14	1601.64	63.86	17.57	1617.32	1583.09	1246.684	278.970
15	1631.58	54.36	11.29	1645.85	1617.32	1160.792	170.876
16	1670.09	31.26	10.08	1681.50	1645.85	1987.500	239.239
17	1692.91	35.23	10.62	1709.90	1681.50	2155.350	-1288.911

1/2

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:20:25

18	2180.68	10.00	61.09	2226.32	1952.48	9098.534	3578.886
19	2244.86	36.43	21.28	2257.69	2226.32	1585.545	301.354
20	2289.10	38.24	16.07	2284.79	2257.69	1450.086	226.494
21	2306.18	29.96	36.83	2363.23	2284.79	2778.305	727.573
22	3100.58	67.83	1.49	3109.14	2851.00	3471.453	-1187.431
23	3193.29	39.39	20.75	3244.63	3109.14	6544.466	1363.439
24	3395.81	28.71	17.05	3432.89	3311.66	7013.717	628.620
25	3462.84	35.00	9.58	3485.66	3432.89	3120.158	187.383
26	3502.78	38.50	10.90	3542.71	3485.66	2934.741	193.655
27	3591.20	63.60	5.36	3695.31	3579.79	1905.315	-203.908

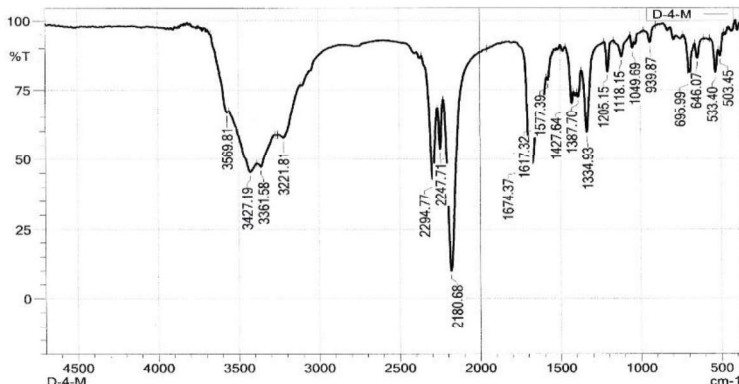
Lampiran F. Hasil uji FTIR D-4-M-a

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:19:02

Item	Value
Acquired Date&Time	20/04/2021 11:20:13
Filenam	G:\TA\Nurdianah\O-4-M1.asu
Sample name	D-4-M
Sample ID	D-4-M
Comment	D-4-M
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	503.45	87.20	4.11	514.86	480.63	323.581	61.988
2	533.40	81.30	0.36	567.63	514.86	617.951	157.484
3	646.07	86.41	5.81	661.76	604.71	535.954	105.001
4	695.99	79.69	13.33	733.07	661.76	630.529	337.387
5	939.87	92.14	5.16	978.38	902.79	334.170	128.410
6	1049.69	90.08	3.12	1063.95	1038.28	211.085	39.922
7	1118.15	86.97	6.57	1166.64	1063.95	604.172	248.253
8	1205.15	81.51	10.88	1225.12	1166.64	637.398	196.312
9	1334.93	56.71	24.70	1369.16	1225.12	2520.230	663.448
10	1387.70	72.50	4.01	1390.20	1309.10	657.536	62.369
11	1427.64	70.25	7.73	1466.15	1416.23	973.244	90.934
12	1577.39	78.53	2.96	1585.95	1553.14	585.480	41.373
13	1617.32	63.57	6.41	1637.29	1585.95	1852.860	225.487
14	1674.37	49.44	9.17	1688.63	1641.57	2055.117	205.114
15	2180.68	10.00	64.80	2229.17	1965.34	8455.609	3172.774
16	2247.71	53.74	16.24	2284.82	2229.17	1333.231	264.996
17	2294.77	42.80	31.42	2363.23	2264.82	3182.832	1005.791

1/2

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:19:02

18	3221.81	57.83	5.37	3256.04	3114.85	4940.628	394.651	
19	3361.58	47.32	3.36	3385.83	3270.30	5458.113	103.586	
20	3427.19	45.44	7.61	3558.40	3385.83	7880.191	628.555	
21	3599.81	66.72	3.48	3672.50	3558.40	2286.440	143.387	

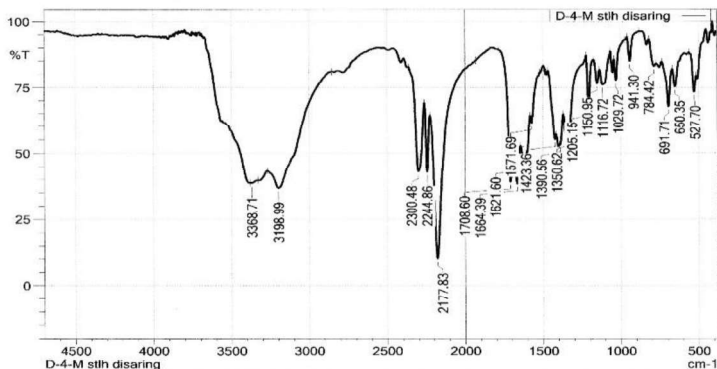
Lampiran G. Hasil uji FTIR D-4-M-b

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-SH, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:17:21

Item	Value
Acquired Date&Time	20/04/2021 11:23:36
Filename	G:\TA\Nurdianah\D-4-M stth disaring1.jspd
Sample name	D-4-M stth disaring
Sample ID	D-4-M stth disaring
Comment	D-4-M stth disaring
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	527.70	73.39	6.55	560.50	853.330	117.243	
2	650.35	75.33	7.93	560.89	624.68	169.545	
3	691.71	67.87	15.11	734.50	668.89	377.253	
4	784.42	83.04	3.85	817.22	770.15	644.377	
5	941.30	84.97	9.69	958.41	862.83	553.059	
6	1029.72	77.75	9.28	1042.56	971.25	870.513	
7	1116.72	76.14	7.47	1135.26	1056.81	1346.512	
8	1150.95	76.59	6.66	1175.20	1135.26	771.174	
9	1205.15	67.13	19.42	1220.84	1175.20	965.439	
10	1350.62	55.55	3.82	1369.16	1342.07	1116.936	
11	1390.56	53.13	2.05	1394.04	1369.16	1093.751	
12	1423.36	55.23	5.75	1467.57	1414.80	1734.434	
13	1671.60	61.64	5.40	1681.67	1620.34	1710.356	
14	1621.60	46.13	10.67	1643.00	1581.67	2967.555	
15	1664.39	38.42	12.00	1686.63	1643.00	2501.560	
16	1706.60	39.17	17.52	1781.34	1686.63	2672.698	
17	2177.83	10.00	57.84	2226.32	1931.09	10597.614	

1/2

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-SH, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:17:21

18	2244.86	42.95	23.95	2261.97	2226.32	1571.903	388.259	
19	2300.48	42.98	31.36	2363.23	2261.97	3739.611	1304.774	
20	3198.99	36.77	12.86	3268.88	2856.70	17216.820	1597.622	
21	3368.71	38.68	0.23	3377.27	3330.20	2863.788	2.159	

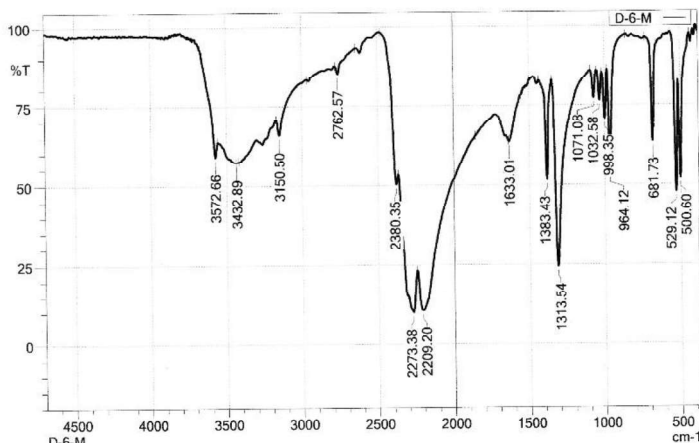
Lampiran H. Hasil uji FTIR D-6-M

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A27415R01432 AE
Window (KRS-SH, PKG)

SHIMADZU

20/04/2021 13:16:01

Item	Value
Acquired Date&Time	20/04/2021 11:27:21
Filename	G:\TANurdianah\ID-6-M1.ispd
Sample name	D-6-M
Sample ID	D-6-M
Comment	D-6-M
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm ⁻¹]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Cur. Area	Comment
1	500.60	51.94	33.34	514.86	1392.053	621.203	
2	620.12	47.79	39.25	514.86	1099.941	625.274	
3	681.73	63.61	31.25	730.22	856.06	934.368	
4	964.12	53.40	34.47	982.66	880.01	1587.993	
5	988.35	70.76	15.02	1016.80	682.68	735.712	
6	1032.58	76.51	9.04	1053.97	1016.89	673.968	
7	1071.08	77.27	8.66	1063.90	1053.97	708.327	
8	1313.54	24.41	56.86	1349.20	1093.90	7888.120	
9	1383.43	51.71	31.10	1436.20	1349.20	2194.894	
10	1633.01	63.64	0.99	1637.29	1554.57	2421.166	
12	2273.38	10.63	16.60	2246.28	1656.93	22990.412	
13	2273.38	10.00	9.88	2310.46	2246.28	5516.736	
14	2380.35	50.39	8.16	2478.76	2367.51	2185.398	
15	2762.57	85.11	3.31	2781.11	2642.77	1389.783	
16	3150.50	65.88	6.16	3170.47	2967.95	4602.352	
17	3432.89	57.36	0.05	3435.74	3418.63	728.258	
17	3572.66	59.18	8.91	3672.50	3555.55	2767.158	

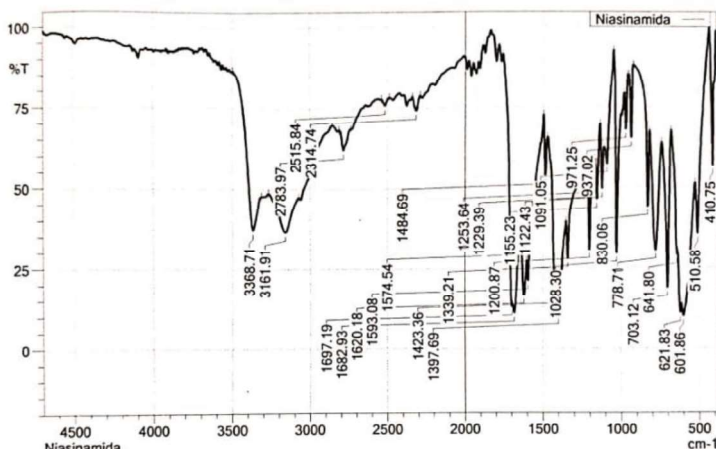
Lampiran I. Hasil uji FTIR niasinamida

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-SH, PKG)

SHIMADZU

15/03/2021 12:54:26

Item	Value
Acquired Date&Time	15/03/2021 12:34:53
Filename	G:\TA\Putri Nuzilla\Niasinamida1.jspd
Sample name	Niasinamida
Sample ID	Niasinamida
Comment	Niasinamida
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1 410.75	56.72	33.01	426.44	399.34	622.836	382.567	
2 510.58	35.73	23.10	520.27	426.44	3055.358	616.969	
3 601.86	10.00	9.18	614.70	526.27	6601.428	628.434	
4 621.83	11.12	7.72	637.52	614.70	1882.536	99.982	
5 641.80	29.00	4.75	680.30	637.52	2156.670	-36.665	
6 703.12	18.98	47.04	741.63	680.30	3265.080	1152.810	
7 778.71	30.52	34.98	818.65	741.63	4064.794	1412.888	
8 830.06	44.10	25.65	917.05	818.65	2282.366	55.612	
9 937.02	65.25	20.98	948.43	924.19	583.130	251.494	
10 971.25	67.92	13.69	981.23	958.41	578.242	164.754	
11 1028.30	29.66	54.53	1046.84	1002.63	1755.530	985.618	
12 1091.05	57.32	14.49	1111.02	1046.84	1789.958	345.486	
13 1122.43	49.73	15.92	1136.69	1111.02	1064.148	192.580	
14 1155.23	46.50	17.14	1169.49	1136.69	1429.263	259.367	
15 1200.87	30.62	27.29	1215.13	1169.49	2324.499	424.271	
16 1229.39	49.56	6.06	1240.80	1215.13	1216.960	83.044	
17 1253.64	51.02	2.35	1267.90	1240.80	1295.703	31.025	

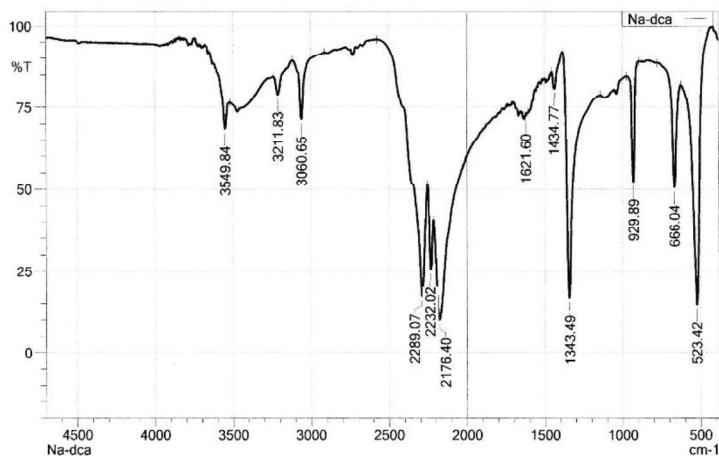
Lampiran J. Hasil uji FTIR natrium disianamida

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

04/05/2021 14:34:50

Item	Value
Acquired Date&Time	04/05/2021 11:16:08
Filename	G:\TA\Nurdianah\Na-dca1.ispd
Sample name	Na-dca
Sample ID	Na-dca
Comment	Na-dca
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm ⁻¹]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1 523.42	14.71	76.34	624.68	425.01	5714.843	3902.997	
2 666.04	50.61	33.08	775.86	624.68	3166.197	931.055	
3 929.89	52.42	34.56	974.10	892.81	1797.902	724.108	
4 1343.49	16.79	73.00	1384.85	1140.97	8156.400	4597.542	
5 1434.77	80.77	6.72	1453.31	1384.85	942.088	183.529	
6 1621.60	72.33	0.20	1624.46	1604.49	540.000	-0.611	
7 2176.40	10.00	33.86	2213.48	1885.45	17076.739	2243.705	
8 2232.02	25.50	20.19	2253.41	2213.48	2541.122	387.658	
9 2289.07	17.19	39.22	2574.31	2253.41	10010.693	1561.972	
10 3060.65	71.46	18.51	3117.70	2912.32	2596.908	654.157	
11 3211.83	78.98	6.65	3240.35	3117.70	1862.682	247.804	
12 3549.84	68.57	11.49	3608.74	3518.46	1987.005	316.892	

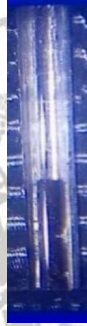
Lampiran K. Hasil pengamatan uji titik leleh



D-1-A



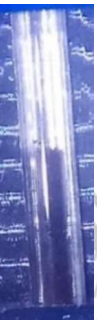
D-2-M



D-3-A



D-4-M-a



D-4-M-b



D-6-M



Lampiran L. Hasil Uji SEM-EDS D-1-A

08062021

6/9/2021

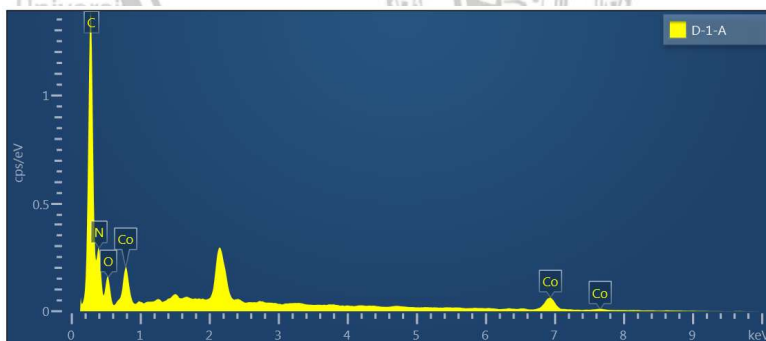
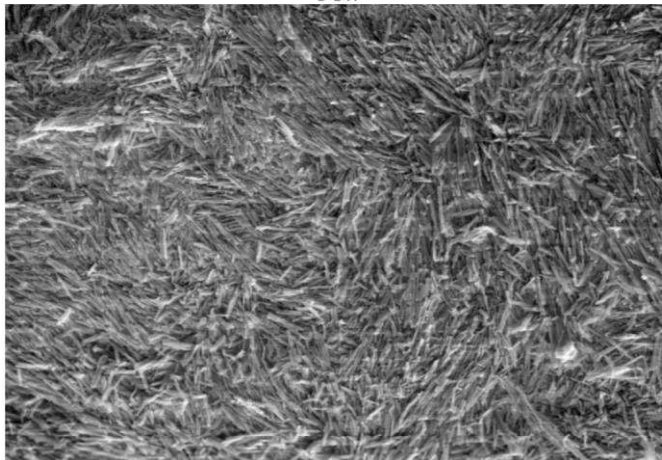
Project Notes

SEM Instrument : FEI - Quanta FEG 650
SEM type : FESEM
License to : Universitas Brawijaya
EDS detector : Oxford Instrument - X-act
EDS software : AZtecOne
Managed by : Laboratorium Sentral Ilmu Hayati (Central Laboratory of Life Science)
Operated by : NFK

Specimen Notes for 'D-1-A'

FESEM set-up for EDS acquisition
Vacuum mode : Low Vacuum
HV : 10 kV
spot size : 5
dwell time : 1 us
WD : 10 mm
tilt : 0
SEM det image : LFD (SEI) at 500X polaroid
Sample prep : sample was put on top of the stub with double sided carbon tape. Gold sputter coated.





D-1-A				
Element	Line Type	Weight %	Weight % Sigma	Atomic %
C	K series	47.80	1.43	58.25
Co	L series	14.61	1.07	3.63
N	K series	28.66	1.77	29.95
O	K series	8.92	0.70	8.16
Total		100.00		100.00

Lampiran M. Hasil uji SEM-EDS D-4-M-b

08062021

6/9/2021

Project Notes

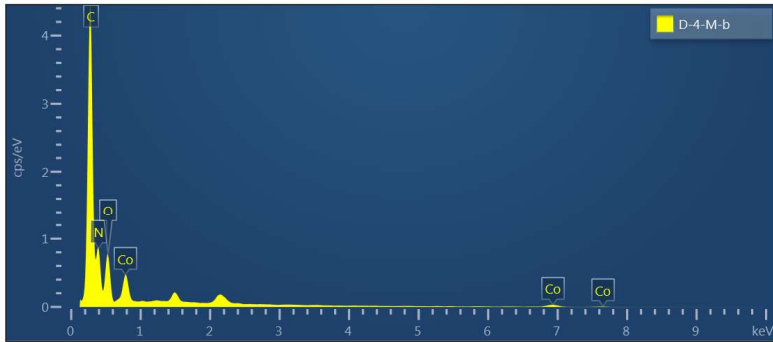
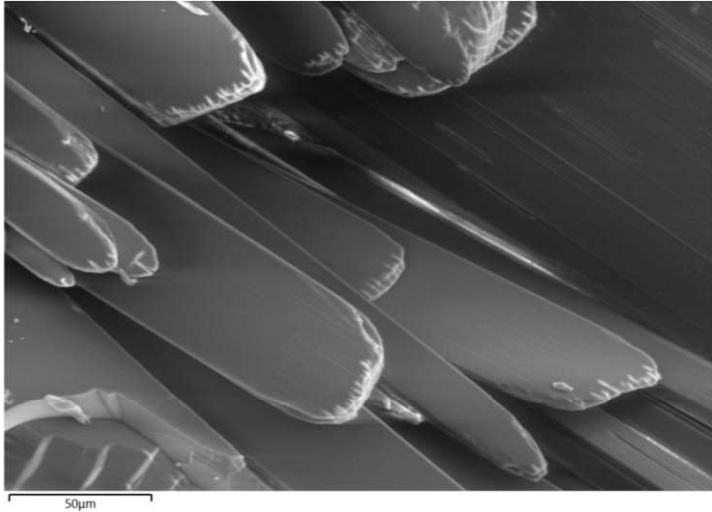
SEM Instrument : FEI - Quanta FEG 650
SEM type : FESEM
License to : Universitas Brawijaya
EDS detector : Oxford Instrument - X-act
EDS software : AZtecOne
Managed by : Laboratorium Sentral Ilmu Hayati (Central Laboratory of Life Science)
Operated by : NFK

Specimen Notes for 'D-4-M-b'

FESEM set-up for EDS acquisition
Vacuum mode : Low Vacuum
HV : 10 kV
spot size : 5
dwell time : 1 us
WD : 10 mm
tilt : 0
SEM det image : LFD (SEI) at 500X polaroid
Sample prep : sample was put on top of the stub with double sided carbon tape. Gold sputter coated.



D-4-M-b



D-4-M-b				
Element	Line Type	Weight %	Weight % Sigma	Atomic %
C	K series	46.35	0.73	55.66
Co	L series	11.58	0.52	2.83
N	K series	28.03	0.93	28.86
O	K series	14.03	0.43	12.65
Total		100.00		100.00